

Aus der Abteilung für zahnärztliche Werkstoffkunde
des Fachbereiches Zahn-, Mund- und Kieferheilkunde
der Freien Universität Berlin

Untersuchungen mit zahnärztlichen elastomeren Abformwerkstoffen zur Verarbeitungszeit und Abbindezeit nach dem ISO-Spezifikationsentwurf

Dissertation

zur

Erlangung der zahnmedizinischen Doktorwürde
am Fachbereich Zahn-, Mund- und Kieferheilkunde
der Freien Universität Berlin

vorgelegt von

Zahnärztin Urte-Viola Wais, geb. Viohl
aus Königs Wusterhausen

1972

Aus der Abteilung für zahnärztliche Werkstoffkunde
des Fachbereiches Zahn-, Mund- und Kieferheilkunde

der Freien Universität Berlin

Untersuchungen mit zahnärztlichen elastomeren Abformwerkstoffen zur Verarbeitungszeit und Abbindezeit nach dem ISO-Spezifikationsentwurf

Dissertation

zur

Erlangung der zahnmedizinischen Doktorwürde
am Fachbereich Zahn-, Mund- und Kieferheilkunde
der Freien Universität Berlin

vorgelegt von

Zahnärztin Urte-Viola Wais, geb. Viohl

aus Königs Wusterhausen

Referent: Professor Dr. med. dent. Karl Eichner

Korreferent: Professor Dr. med. dent. Karl-Heinz Beeck



Gedruckt mit Genehmigung des Fachbereiches Zahn-, Mund-
und Kieferheilkunde der Freien Universität Berlin

Promoviert am: 18.12. 1972.

Inhaltsverzeichnis

1.	Einleitung	8
2.	Hauptteil	10
2.1.	Schrifttumsübersicht	10
2.1.1	Definition von Misch-, Verarbeitungs- und Abbindezeit	10
2.1.2	Zusammensetzung und Abbindereaktionen ... elastomerer Abformwerkstoffe	11
1	Polysulfide	12
2	Silikone	13
3	Polyäther	14
2.1.3	Mischen	14
2.1.4	Temperatur beim Abbindeprozeß	14
2.1.5	Meßmethoden zur Bestimmung der Verar- beitungs- und Abbindezeit	15
1	Australischer Standard	15
2	ADA Spezifikation Nr. 19	15
3	Penetrometer	16
4	Rheometer nach WILSON	17
5	Methode SCHOENMAKERS	17
6	Modifikation von DOUGHERTY	18
7	Methoden von SCHWICKERATH	18
8	Verfahren nach FRANZ	20
9	Vergleich und Beurteilung der Meß- methoden	20
2.1.6	Meßergebnisse	23
2.2.	Eigene Untersuchungen	25
2.2.1	Prüfklima	25
2.2.2	Rheometermethode	25
1	für die Verarbeitungszeit	27
2	für die Abbindezeit	27
2.2.3	Methode SCHOENMAKERS	27
1	für die Verarbeitungszeit	27
2	für die Abbindezeit	29

2.2.4	Konsistenzmessung	31
2.2.5	Untersuchte Materialien	31
2.2.6	Versuchsdurchführung	33
1	Mengenverhältnisse	33
2	Mischen	33
3	Einbringen in das Meßgerät und Meßbeginn ...	35
1	beim Rheometer	35
2	bei der Methode SCHOENMAKERS	38
3	bei der Konsistenzbestimmung	39
4	Meßdauer und Bestimmung der Meßwerte	40
1	beim Rheometer	40
2	bei der SCHOENMAKERS-Methode	44
3	bei der Konsistenz	47
2.2.7	Versuchsergebnisse	48
1	Verarbeitungs- und Abbindezeit beim Rheo- meter und bei der SCHOENMAKERS-Methode ..	48
2	Konsistenz	53
2.2.8	Zusammenhang zwischen der Konsistenz und	
1	der Verarbeitungszeit	56
2	der Abbindezeit	58
2.3	Diskussion	60
2.3.1	Mischungsverhältnis	60
2.3.2	Mischen	60
2.3.3	Versuchsdurchführung	61
1	beim Rheometer	61
2	bei der Methode SCHOENMAKERS	61
2.3.4	Verarbeitungszeit	62
1	Rheometer	62
2	SCHOENMAKERS-Methode	62
3	andere Untersucher	63
4	Hersteller	64
2.3.5	Abbindezeit	64
1	Rheometer	64
2	SCHOENMAKERS-Methode	64
3	andere Untersucher	65
4	Hersteller	66

2.3.6	Konsistenz	67
2.3.7	andere Prüfmethoden	67
2.3.8	Lagerfähigkeit der Materialien	69
2.4.	Klinische Hinweise	71
3	Zusammenfassung	73
4	Schrifttum	74
5	Tabellenanhang	79
6	Lebenslauf	92

1 Einleitung

In dem Bestreben, irreversibel-elastische Abformmaterialien für Abdrücke von Zahnreihe, präparierten Zähnen u.ä. herzustellen, deren Form und Volumen bei Lagerung an der Luft konstant bleiben, werden seit Mitte der fünfziger Jahre Kautschukverbindungen auf Polysulfidbasis, Silikonabdruckmassen und als letztes eine elastische Abformmasse auf Polyäther-Basis in den Handel gebracht. Angenehmere Handhabung für Zahnarzt und Patient und neu entwickelte Abdruckverfahren haben erreicht, daß diese Materialien in immer größerem Ausmaß verwendet werden. Um aus der Vielzahl der Abformmaterialien eine geeignete Auswahl treffen zu können, ist eine Beurteilung mit qualitativen Meßmethoden erforderlich. Eine bewährte Spezifikation, wie sie für andere zahnärztliche Werkstoffe vorliegt, ist jedoch noch nicht erstellt.

In den vergangenen Jahren sind zahlreiche Versuche zur bleibenden Verformung, Dimensionsstabilität und zur Druckelastizität durchgeführt worden. Versuchsergebnisse lassen sich sinnvoll erst vergleichen, wenn sie in Zusammenhang mit der Verarbeitungszeit und der Abbindezeit gestellt werden. Diese Zeiten müssen zunächst bekannt sein oder bestimmt werden, ehe weitere Prüfungen folgen. Auch für den Zahnarzt sind diese Zeiten von großer Bedeutung: wird die Verarbeitungszeit überschritten, ist eine einwandfreie Abformung nicht mehr möglich; wird die Abbindezeit nicht eingehalten, kann beim zu frühen Entfernen des Abdrucks aus dem Munde eine unerwünschte Verformung eintreten.

Ziel der vorliegenden Arbeit ist es, je zwei Methoden zur Bestimmung der Verarbeitungs- und der Abbindezeit auf ihre Verwendbarkeit zu prüfen. Die beiden Verfahren sind im Normentwurf der International Organisation for Standardisation (ISO) angegeben (19). Sie sind von WILSON (19, 43) bzw.

SCHOENMAKERS (19, 31) erarbeitet worden. Die zahnärztlichen Normen (39) stellt das Technical Committee 106 Dentistry (TC 106) für die ISO auf.

Um einen Zusammenhang zwischen den Meßmethoden herzustellen, wird außerdem die Konsistenz bestimmt. Die Konsistenzprüfung erfolgt ebenfalls in enger Anlehnung an den ISO-Entwurf.

2. Hauptteil

2.1 Schrifttumsübersicht

2.1.1 Definition von Misch-, Verarbeitungs- und Abbindezeit

Um Verarbeitungs- und Abbindezeit messen zu können, ist ihre genaue Definition notwendig. Definitionen sind sowohl im Spezifikationsentwurf für elastomere Abformstoffe der ISO (19) als auch bei SCHWICKERATH (34) zu finden. Abb. 1 veranschaulicht die Zeitspannen. Es ist üblich, die Zeiten jeweils vom Mischbeginn an (t_o) zu rechnen.

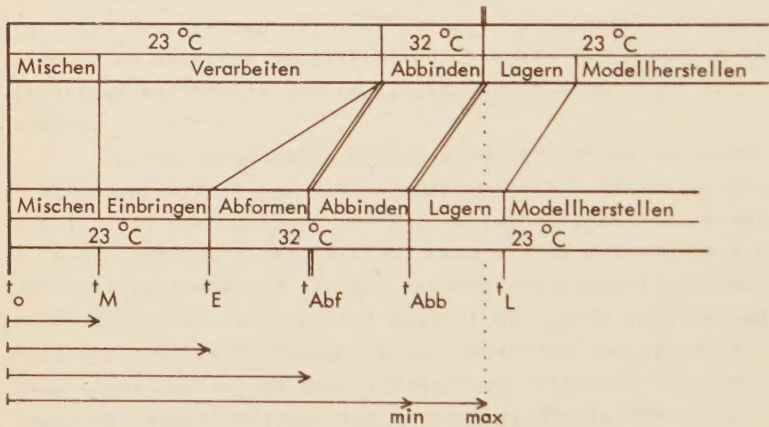


Abb. 1 Aufeinanderfolgende Arbeitsgänge und Zeitabschnitte sowie Temperaturveränderungen beim Abformen mit elastomeren Abformwerkstoffen.

1. Die Mischzeit (t_M) ist der Zeitraum, der erforderlich ist, um beide Komponenten (Grundsubstanz und Akzelerator bzw. Härter) zu einer homogenen Masse mit einheitlicher Farbe zu vermengen.

2. Die Verarbeitungszeit ist der Zeitraum, in dem der Zahnarzt den Abdrucklöffel, Abdruckring oder die Spritze mit dem gemischten Material beschickt und die Abformung vornimmt. Die Messung der Verarbeitungszeit wird nach dem Spezifikationsentwurf bei 23° (oberer Teil der Abb. 1) durchgeführt. Das zahnärztliche Vorgehen aber bedingt eine Unterteilung in Einbring- und Abformzeit, da ein Temperaturwechsel stattfinden muß (unterer Teil der Abb. 1).

2.1. Die Einbringzeit (t_E) ist der Zeitraum, in dem bei Raumtemperatur von 23° die Abdruckform mit dem angemischten Material beschickt wird.

2.2. Die Abformzeit (t_{Abf}) ist der Zeitraum, in der sich das Material im Munde zur Abformung befindet und erwärmt wird, im Versuch vereinbarungsgemäß auf 32° C (19).

3. Die Abbindezeit (t_{Abb}) ist der Zeitraum, in dem das Material bereits so erhärtet ist, daß es nicht weiter verformt werden darf; sie ist beendet, wenn der Abdruck entfernt werden kann, ohne daß dabei eine Verfälschung eintritt. Die Abbindezeit wird wiederum bei 32° C gemessen.

Da die Temperaturerhöhung auf 32° den Abbindeprozeß beschleunigt, verschieben sich je nach Lage des Zeitpunktes t_E die Zeitpunkte für das Ende der Verarbeitungs- bzw. der Abformzeit.

2.1.2 Zusammensetzung und Abbindereaktionen elastomerer Abformwerkstoffe

In die Gruppe der Irreversibel-elastischen Abdruckmaterialien (35) gehören neben den Alginateabdruckmassen die elastomeren Abformwerkstoffe. Es sind gummiähnliche Materialien; man unterscheidet nach der chemischen Zusammensetzung drei Gruppen: Polysulfide, Silikone und Polyäther. Die Materialien gibt es in drei verschiedenen Konsistenzen: leicht- oder dünnfließend; weich oder normal; fest, schwerfließend oder knetbar.

2.1.2.1 Polysulfide

Die Abformwerkstoffe auf Polysulfid-Kautschukbasis werden in Packungen mit zwei Tuben in den Handel gebracht. Die Paste in der einen Tube besteht aus flüssigem Polysulfidgummi als Grundsubstanz mit der Formel $\text{HS}-(\text{R}-\text{SS})_{23}-\text{R}-\text{SH}$, wobei R: $\text{C}_2\text{H}_4-\text{O}-\text{CH}_2\text{O}-\text{C}_2\text{H}_4$ sein kann, und reaktionslosen Füllstoffen. Die andere Tube enthält den Akzelerator, gewöhnlich Bleiperoxid (PbO_2) und Schwefel.

PEARSON (23) gibt folgende Zusammensetzung einer Polysulfidabdruckmasse an:

Grundsubstanz: Polysulfid-Kautschuk	79,72 %
Zinkoxid	4,89 %
Calciumsulfat	15,39 %

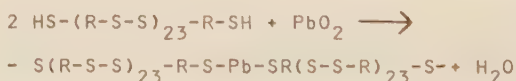
BRADEN (4) stellt jedoch fest, daß Zinkoxid und Calciumsulfat nicht als Füllstoffe in der Grundsubstanz sein können.

Akzelerator: Bleiperoxid	77,65 %
Schwefel	3,52 %
Rizinusöl	16,84 %
Übriges	1,99 %

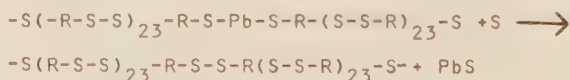
BRADEN (4) findet auch kein Rizinusöl im Akzelerator.

Werden beide Pasten miteinander vermengt, so entsteht beim Abbinden ein elastischer Polysulfidgummi. Der Reaktionsablauf ist nach MILLER u.a. (22):

1. Polymerisation mit PbO_2 :



2. vermutliche Reaktion mit dem Schwefel:

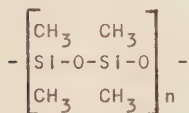


Nach MOLNAR (zitliert bei 36) leitet das Bleiperoxid die Polymerisation aktiv ein, der Schwefel hingegen sorgt für bessere physikalische Eigenschaften. Bei der Reaktion wird etwas Wasser frei, das die Reaktion beschleunigt (30). Bei höherer Temperatur und Feuchtigkeit nimmt die Reaktionsgeschwindigkeit zu, und zwar in dem Intervall zwischen 20° C und 70° C bedeutet eine Temperaturzunahme um 10° C eine Verdoppelung der Reaktionsgeschwindigkeit (13). Stearin und Ölsäure hingegen verzögern die Reaktionsgeschwindigkeit (13).

2.1.2.2 Silikone

Die Silikone werden je nach Konsistenz der Paste in Tuben oder Dosen geliefert. Der Härter (= Reaktor oder Reaktor) ist flüssig.

Die Silikonpaste enthält als chemischen Grundkörper ein hochpolymeres Dimethylpolysiloxan, das als difunktionelles Glied in langen Ketten vorliegt.



Begrenzt wird eine solche Kette durch monofunktionelle Stopper, das sind Siliziumatome, bei denen drei Valenzen mit Methylgruppen besetzt sind (21). Als Füllstoffe sind den Pasten beigegeben: Zinkoxid, Kalk, Fluorasbest, Dextrine oder Zellulose (37).

Der Härter enthält metallorganische Verbindungen, wie Zinkoktoat $\text{Sn} \left[\text{CH}_3(\text{CH}_2)_6\text{CO}_2 \right]_2$ oder Dibutyl-dizinnlaurat sowie Polyäthyl- oder Polymethylsilikat (30, 36).

Eine Vernetzung bei Raumtemperatur kann erreicht werden, wenn endständige Methylgruppen durch OH-Gruppen ersetzt werden. Im Abbindeprozeß entstehen aus difunktionellen Kettengliedern durch das Einwirken des Härters trifunktionelle Vernetzer, deren Siliziumatome nur noch mit einer Methyl-

gruppe verbunden sind (21).

Nach McLEAN (21) können Silikone nach dem Mischen noch zwei oder mehr Wochen weiterpolymerisieren.

Eine Temperaturerhöhung beeinflusst die Abbindegeschwindigkeit der Silikone in geringerem Maße als die der Polysulfide (13).

2.1.2.3 Polyäther

Der einzige im Handel befindliche Polyätherabformwerkstoff wird in Form einer Basispaste und einer Katalysatorpaste geliefert. Der aktive Anteil in der Basispaste ist ein Polyglycoläther. Er besteht im wesentlichen aus Tetramethylenglycol mit endständigen Aziridino-Gruppen (zitiert bei 17).

Der Katalysator enthält einen Sulfonsäureester. Bei der Vernetzung reagiert er mit den Aziridino-Gruppen (zitiert bei 17).

2.1.3 Mischen

SCHWICKERATH (34) hat Versuche durchführen lassen, um festzustellen, wie sich das "persönliche Moment" auf die Dosierung mit dem Tubenstrang auswirkt. Dazu sollten Zahnärzte, Helferinnen und Studenten gleiche Stranglängen ausdrücken. Beim Auswiegen haben sich Abweichungen bis zu 22 % vom Mittelwert ergeben. Bei der Dosierung von Tropfen ergaben sich Abweichungen von ± 10 %.

2.1.4 Temperatur beim Abbindeprozeß

Erfahrungen von ELBORN und WILSON (14) haben gezeigt, daß es richtiger ist, Messungen zur Abbindezeit bei 32° C auszuführen und nicht bei 37° C. Sie haben festgestellt, daß die Temperatur, die von Abdruckmaterialien im Mund erreicht wird, zwischen 30° und 34° C liegt, und zwar 6 min nach dem Mischungsbeginn, wenn der Abformwerkstoff nach 1 1/2 min in den Mund gebracht wird.

2.1.5 Meßmethoden zur Bestimmung der Verarbeitungs- und Abbindezeit

2.1.5.1 Australischer Standard

Zur Bestimmung der Verarbeitungszeit sieht der Australische Standard (2) eine Bestimmung der Konsistenz vor; sie entspricht der im ISO-Entwurf (19). Von den aus einem bestimmten Volumen entstehenden Schelben wird der Durchmesser bei 2 1/2 bzw. 4 1/2 min bestimmt. Nach der Größe des Durchmessers und Typ des Materials ist eine Einteilung möglich: Typ A = normale oder feste Materialien ("regular or heavy bodied materials"); Typ B = dünnfließende Materialien ("light bodied or syringe type").

Im Australischen Standard ist zur Messung der Abbindezeit die einfachste Methode aufgeführt. 2 min nach dem Mischbeginn soll das Material in ein Klima von 37° C und 95-100 % Feuchtigkeit gebracht werden. Nun wird so oft die Kante eines Anrührspatels in das Material gepreßt, bis es vom plastischen in den elastischen Zustand übergegangen ist (2).

2.1.5.2 ADA Spezifikation Nr. 19

Die American Dental Association Spezifikation Nr. 19 (1) für elastomere Abformmaterialien gibt zur Bestimmung der Verarbeitungszeit eine Methode an, die als ein Vorschlag im ISO-Entwurf (18) aufgeführt ist. Etwa 8 g gemischtes Material werden auf der Anrührplatte so ausgestrichen, daß die Schichtdicke etwa 3 mm beträgt. Ein Stahlstab mit einem Durchmesser von 2,4 mm, einer Masse von 10 g und planen Enden wird in 20 sec Intervallen mit dem eigenen Gewicht auf die Oberfläche der Probe gesetzt. Aufsetzen und Zurückziehen des Stabes soll mit annähernd gleicher Geschwindigkeit ausgeführt werden. Das Ende der Verarbeitungszeit ist erreicht, wenn beim Entfernen des Stabes das Material keine Fäden mehr zieht und ein Eindruck bleibt.

Eine Messung der Abbindezeit ist in der ADA Spezifikation Nr. 19 nicht festgelegt.

2.1.5.3 Penetrometer

1960 beschreiben MILLER, HANSEN, DICKSON und SWEENEY (22) ein Penetrometer, um Verarbeitungs- und Abbindezeit bestimmen zu können. DOUGHERTY (10) benutzt zu seinen Versuchen ebenfalls ein Penetrometer; nur die Maße für die Hohlformen sind geändert. Die Penetrometermethode ist ebenfalls als ein Vorschlag in den ISO-Entwurf (18) übernommen worden.

Bei der Penetrometermethode dringt eine abgeplattete Nadel in bestimmten Zeitintervallen in die Probe ein, die sich in einer Hohlform befindet. Die Messungen sollen auf 0,1 mm genau sein.

Zur Bestimmung der Verarbeitungszeit wird eine zylindrische Nadel mit einem Durchmesser von $4,00 \pm 0,01$ mm benutzt. Die Gesamtbelastung, die auf das Material einwirkt, soll 50 ± 1 g betragen. Die zylindrische Hohlform für den Abformwerkstoff hat einen Innendurchmesser von 20 mm, einen Außendurchmesser von 31 mm, eine Innenhöhe von 12 mm, und die Bodenplatte ist 5 mm stark. Alle 30 sec läßt man die Nadel für 5 sec eindringen. Aus einem Zeit-Penetrations-Diagramm wird die Verarbeitungszeit als Zeit bei 7 mm Eindringtiefe ermittelt.

Zur Messung der Abbindezeit ist der Durchmesser der Nadel auf $1,00 \pm 0,01$ mm festgelegt. Die Gesamtbelastung wird auf 100 ± 2 g verdoppelt. Als Form für das Material wird ein Behälter von 27 mm innerem und 38 mm äußerem Durchmesser sowie einer inneren Höhe von 22 mm und einer äußeren von 25 mm verwandt. Das Testmaterial ist nach 2 min in ein Wasserbad von 32°C zu bringen. Die Meßintervalle entsprechen denen für die Prüfung der Verarbeitungszeit. Differieren drei aufeinanderfolgende Messungen um weniger als 0,2 mm, so gilt die erste als Zeitangabe für die Abbindezeit.

WILSON (43) führt 1966 ebenfalls mit einem Penetrometer Versuche durch. Der Versuchsaufbau weist Unterschiede auf. Die Form, in die das angemischte Material gebracht wird, ist mit 20 mm Durchmesser und 10 mm Höhe etwas kleiner als die im

ISO-Entwurf angegebene. Die 4 mm dicke Nadel bei der Bestimmung der Verarbeitungszeit wird mit 30 ± 1 g belastet. Für die Messungen zur Abbindezeit beträgt das Gewicht 100 ± 1 g zusätzlich zum Gewicht der Nadel. Die Versuche werden bei $32 \pm 1^\circ \text{C}$ durchgeführt. Die Probe kommt für schnellabbindende Materialien nach 2 min bzw. für langsamabbindende nach 3 min ins Wasserbad. Die Nadel wird jede Minute für eine Dauer von 10 sec auf das Material aufgesetzt.

2.1.5.4 Rheometer

WILSON (41) hat 1964, um Verarbeitungs- und Abbindezeit zu messen, ein "curemeter" verwandt, ein Gerät, das in der Gummiindustrie gebraucht wird, um die Zeiten der Vulkanisierung von Gummi zu bestimmen. Dieses Gerät hat zwei Nachteile. Die Platten, zwischen die das Material gebracht werden muß, stehen vertikal, so daß flüssige Abformwerkstoffe wegfließen und eine Messung unmöglich ist. Um Messungen bei 32° durchzuführen, muß das gesamte Gerät in einen Wärmeschrank gestellt werden. WILSON hat deshalb ein neues Gerät unter dem Namen "reciprocating rheometer" entwickelt. Im folgenden wird es kurz als Rheometer bezeichnet. Die Rheometermethode ist ein weiterer Vorschlag im ISO-Entwurf (18, 19) und wird im British Standard 4269 (5) angegeben. Eine genaue Beschreibung des Rheometers ist im Kapitel über die eigenen Untersuchungen (2.2.2) zu finden.

2.1.5.5 Methode SCHOENMAKERS

Bei der Bestimmung der Verarbeitungszeit nach SCHOENMAKERS (19, 31) wird der gemischte Abformwerkstoff auf einer Glasplatte ausgestrichen und mit Plättchen bedeckt, die nacheinander belastet werden. Die Zunahme der Schichtdicke ist ein Maß für die Verarbeitungszeit.

Die Abbindezeit wird nach SCHOENMAKERS (19, 31) mit Hilfe der zunehmenden Elastizität bestimmt. Dazu wird eine

Kugel 2 mm tief für 10 sec in die Probe eingedrückt.

Beide Verfahren sind im Kapitel 2.2.3 genauer beschrieben.

2.1.5.6 Modifikation von DOUGHERTY

DOUGHERTY (12) schlägt vor, anstelle der Kugel einen zylindrischen Fuß zu verwenden. Dieser soll 1 mm tief für 5 sec eingedrückt werden. Im Gegensatz zur Methode SCHOENMAKERS ruht das Eigengewicht des Maßstabes bis zur bereits nach 10 sec erfolgenden Zweitmessung auf dem Material, das wegen seiner Elastizität zurückfedert.

DOUGHERTY (11) sieht die Abbindezeit als beendet an, wenn bei fortlaufenden Messungen die bleibende Verformung nur noch 0,20 mm beträgt.

2.1.5.7 Methoden von SCHWICKERATH

In den letzten beiden Jahren hat SCHWICKERATH zwei weitere Methoden angegeben. Die eine dient zur Bestimmung des Fließverhaltens von Alginatabformmaterialien (32). Mit demselben Versuchsaufbau ist es möglich, die Fließfähigkeit elastomerer Abformmaterialien zu prüfen. Einen entsprechenden Vorschlag haben SCHWICKERATH und REHBERG (28) gemacht: In eine Zugprüfmaschine mit elektronischem Kraftmeßkopf der Firma Zwick ist eine Zusatzeinrichtung aus zwei ineinandergreifenden Bügeln eingebaut. In den unteren, der am Kraftmeßkopf befestigt ist, wird ein Spritzenzylinder gesteckt. Ansätze verschiedener Länge und Durchmesser der Öffnung sind an die Spitze anschraubbar. Der zweite Bügel verbindet die Spindel der Prüfmaschine mit dem Kolben der Spritze. Der Vorschub der Spindel und somit des Spritzenkolbens ist stufenlos von 0,05 bis 150 mm/min einstellbar. Der Spritzenzylinder befindet sich in einem auf 32° erwärmten Wasserbad.

Während der Versuchsdauer wird ein Kraft-Zeit-Diagramm mit dem Schreiber registriert. Die Vorschubkraft bleibt, sobald Material aus der Düse fließt, zunächst konstant. Je wei-

ter der Abbindeprozeß fortschreitet, desto größer ist die erforderliche Kraft, um das angemischte Material aus dem Ansatz zu pressen. Aus dem aufgezeichneten Kurvenverlauf lassen sich Verarbeitungs- und Abbindezeit festlegen.

Als zweite Versuchsanordnung zur Bestimmung von Verarbeitungs- und Abbindezeit gibt SCHWICKERATH (28, 33, 34) an, die angemischten Massen sollen in eine Metallschiene von 5 mm Höhe gebracht werden. Diese ist in einzelne Kästchen von 10 mm x 10 mm unterteilt. Auf die Materialoberfläche wird in jedes Kästchen ein Metallplättchen von 5 mm Durchmesser und einer Dicke von 0,2 bis 0,4 mm gelegt. Die Messungen werden im Wasserbad von 32° C durchgeführt. An einer Meßuhr befindet sich eine Arretierungsvorrichtung, mit deren Hilfe jedes Plättchen in eine Nullage gebracht wird. Jedes Plättchen wird für 15 sec 1 mm (= 20 %) in das Material eingedrückt und dann entlastet. Alle 30 sec wird ein neues Plättchen belastet. Nach der endgültigen Erhärtung wird nachgemessen, wieviel Prozent die elastische Rückstellung der einzelnen Plättchen beträgt; die Prozentwerte werden in ein Diagramm eingetragen.

SCHWICKERATH hat 1971 seine Methode nochmals beschrieben (33) und 1972 im deutschen Schrifttum veröffentlicht (34). Die Messungen zur Verarbeitungszeit beginnen so früh wie möglich. Die Belastung pro Plättchen soll nur noch 10 sec dauern. Beträgt die elastische Rückstellung mehr als 1 mm, so ist das Ende der Verarbeitungszeit erreicht. Zur Bestimmung der Abbindezeit soll das Material 40 sec vor dem Ende der Verarbeitungszeit im Wasserbad sein und 10 sec später die erste Messung vorgenommen werden; die Meßintervalle entsprechen denen bei der Verarbeitungszeitbestimmung. Das Ende der Abbindezeit ist erreicht, wenn die elastische Rückstellung um nicht mehr als 0,02 mm von einer Messung zur nächsten abweicht.

2.1.5.8 Verfahren nach FRANZ

Ein neues Verfahren zur Prüfung der Verarbeitungs- und Abbindezeit gibt FRANZ (15) an. Sie benutzt einen Rückprall-Elastizitätsprüfer, dessen Pendelschlagwerk nach bestehenden DIN-Normen (DIN 51 222 und DIN 51 512) konstruiert ist.

Der Pendelarm ist 20 cm lang, kugelgelagert und an seinem anderen Ende mit einer Kugel von 10 mm Durchmesser versehen; sein Gesamtgewicht beträgt 50 g. Wenn der Pendelarm aus seiner Arretierung gelöst wird, prallt er, sobald er auf das zu prüfende Material aufschlägt, je nach der Elastizität des Abformwerkstoffes mehr oder weniger zurück. Die Höhe des Rückpralls zeigt ein Schleppzeiger auf einer Skala an. Der Werkstoff befindet sich in einer Aluminiumrinne mit den Maßen 15 mm x 190 mm, ihre Höhe beträgt 12,5 mm. Messungen können alle 5 sec vorgenommen werden. Zur Bestimmung der Abbindezeit befindet sich der Werkstoff in einem auf 32° temperierten Wasserbad. "Das Ende der Abformzeit wird durch das Auftreten elastischer Eigenschaften bestimmt, dem die erste ablesbare Rückprallhöhe entspricht. Das Ende der Abbindezeit ist frühestens erreicht, wenn der Rückprall den höchsten Wert anzeigt und die Kurve in die Horizontale übergeht", also konstant wird.

2.1.5.9 Vergleich und Beurteilung der Meßmethoden

CHONG und DOCKING (7) haben nach der Methode im Australischen Standard Versuche zur Abbindezeit durchgeführt. Die Ergebnisse stimmen mit den Angaben der Hersteller überein. Die Untersucher stellen dabei fest, daß Prüfkörper leicht zerstört werden, wenn sie zum Zeitpunkt der bei diesen Versuchen ermittelten Abbindezeit aus Hohlformen entfernt werden. Dies trifft besonders für die Polysulfide zu. Die Materialien sind also noch nicht weit genug abgebunden.

Deshalb sehen die Autoren einen wichtigen Zusammenhang zwischen Abbindezeit und bleibender Deformation.

Das in der ADA Spezifikation Nr. 19 beschriebene Verfahren wird allgemein abgelehnt, da es nur Vermutungen zuläßt, wann das Ende der Verarbeitungszeit erreicht ist. DOUGHERTY (11) schreibt, der Endpunkt des Tests sei subjektiv; REHBERG und SCHWICKERATH (28) sagen: "Die zu prüfenden Eigenschaften der Materialien können mit dem klinischen Begriff "working time" nicht gleichgesetzt werden." Auch HEDEGARD und WEIERUD (16) meinen, es sei schwierig, den Zeitpunkt festzustellen, bei dem "das Fadenziehen" nachläßt.

Die Penetrometermethode wird von den oben zitierten Autoren ebenfalls übereinstimmend abgelehnt. So schreibt DOUGHERTY (11), ein Nachteil sei das Haftenbleiben welcher Mischungen an der Nadel. Zur Bestimmung der Verarbeitungszeit mit dem Penetrometer meinen REHBERG und SCHWICKERATH (28), es werde nur ein willkürlich und klinisch nicht begründeter Wert bestimmt. Zur Bestimmung der Abbindezeit schreiben sie: "Diese Methode berücksichtigt lediglich die Zunahme der Viskosität der Abformmassen, und die Bestimmung der Eindringtiefe von 0,2 mm ist auch vom Gewicht der Nadel und ihrer Auflagefläche abhängig." Nach HEDEGARD und WEIERUD (16) ist die Penetrometermethode im Vergleich zum Verfahren nach WILSON und SCHOENMAKERS zu schwierig. WILSON (43) sieht die Nachteile des Penetrometers in der nicht kontinuierlichen Aufzeichnung und der durch die Messungen zerstörten Materialoberfläche.

Die Rheometermethode wird unterschiedlich beurteilt. HEDEGARD und WEIERUD (16) ziehen das Rheometer anderen Verfahren vor und halten es sowohl aus praktischer als auch aus theoretischer Sicht für gut. Eine Begründung geben sie nicht. DOUGHERTY (11) sowie REHBERG und SCHWICKERATH (28) lehnen das Rheometer ab. Sie halten die Methode für zu aufwendig, zumal sie im Prinzip keine für den Zahnarzt

Interessanten Ergebnisse liefere. Sie gebe für den Hersteller wichtige Informationen zur Produktionskontrolle. REHBERG und SCHWICKERATH (28) führen zur Abbindezeit an, daß das Parallelwerden beider Seiten der Kurve in der Versuchsanordnung begründet sei. Mit empfindlicheren Meßinstrumenten sei dieser Zeitpunkt wesentlich später. Das stimme auch mit Messungen über andere elastische Eigenschaften, wie bleibende Deformationen, Shore-Härte und Dimensionsverhalten, überein, mit denen nachgewiesen werden konnte, daß die Aushärtung dieser Massen an sich eine sehr viel längere Zeit in Anspruch nehme. Damit müßte auch bei genauer Messung der Widerstand gegen Verformung in der Rheometerprüfung weiter ansteigen. WILSON (44) lehnt einen Vergleich der Rheometermethode mit anderen Verfahren ab, weil keines absolute Werte liefere.

Die SCHOENMAKERS-Methode zur Bestimmung der Verarbeitungszeit wird von DOUGHERTY (11) sowie von REHBERG und SCHWICKERATH (28) als zufriedenstellend, von HEDEGARD und WEIERUD als brauchbar bezeichnet. Die Angabe SCHOENMAKERS, die Verarbeitungszeit sei bei Verdoppelung der Filmdicke beendet, halten REHBERG und SCHWICKERATH (28) für willkürlich; dies entspreche keiner klinischen Erfahrung. Andererseits bringen sie keinen Gegenvorschlag.

Die Bestimmung der Abbindezeit nach SCHOENMAKERS halten DOUGHERTY (11) sowie REHBERG und SCHWICKERATH (28) für einfach durchführbar, und man erhalte reproduzierbare Ergebnisse. REHBERG und SCHWICKERATH weisen aber auch auf Nachteile hin: "Beginnt die Messung erst bei 4 min und ist sie bereits bei 6 min abgeschlossen, so wird nur der letzte Abschnitt der Härtung erfaßt. Ein Eindringen um 2 mm entspricht 40 %. Dieser Wert kann klinisch zwar erreicht werden, jedoch liegt er nach klinischen Erfahrungen im Mittel um 20 %."

Nach CHONG und DOCKING (7) sowie REHBERG und SCHWICKERATH (28) ist eine Bestimmung der Abbindezeit über die

bleibende Deformation erforderlich. Wird der Abdruck aus dem Mund genommen, so sollen die dabei auftretenden Verformungen keine bleibenden, sondern elastische sein. SCHOENMAKERS' Methode für die Bestimmung der Abbindezeit beruht auf Messungen der elastischen Deformation.

Über die Methoden von SCHWICKERATH (28,32,33,34) und FRANZ (15) liegen keine vergleichenden Untersuchungen oder Stellungnahmen vor.

Die Meßverfahren nach SCHOENMAKERS und WILSON scheinen am geeignetsten und werden am häufigsten diskutiert. Der Ausschuß des ISO/TC 106 hat bei seinem Treffen in Den Haag im Oktober 1970 beschlossen, diese beiden Methoden in die engere Wahl zu ziehen und das Verfahren nach der ADA Spezifikation Nr. 19 sowie die Penetrometermethode als weniger günstig fallen zu lassen. Deshalb sind in dem Entwurf vom April 1971 (19) nur die Methode nach SCHOENMAKERS und das Rheometerverfahren aufgeführt.

2.1.6. Meßergebnisse

Bedingt vergleichbare Werte zum Rheometerverfahren und zur Methode SCHOENMAKERS liefern Untersuchungsergebnisse von CHONG und DOCKING (8), DOUGHERTY (11) sowie HEDEGARD und WEIERUG (16). Sie haben bei ihren Versuchen mit drei Materialien, zwar nur solche von normaler Konsistenz verwandt, jedoch mit gleichen Dosierungen und Mischzeiten gearbeitet, wenn auch Material aus verschiedenen Chargen benutzt. Im Extremfall differieren die ermittelten Verarbeitungszeiten bei der Rheometermethode um etwa 95 % und bei SCHOENMAKERS' Methode um knapp 30 %; die Abbindezeiten im Rheometer variieren bis zu 120 %, nach der SCHOENMAKERS-Methode sind die Unterschiede mit knapp 50 % wiederum deutlich geringer. Dennoch zeichnet sich die Tendenz ab, daß das Rheometer um etwa 30 % kürzere Abbindezeiten mißt als die Methode von SCHOENMAKERS.

CHONG und DOCKING (7) haben die Abbindezeit mit Hilfe der bleibenden Deformation bestimmt. Sie haben dabei für Silikone und Polyäther rund 6 min erhalten, für Polysulfide 10 min, 12 min und bis 15 min, bei der Annahme, die Materialien seien bei 4 % bleibender Deformation abgebunden. Die von ihnen ermittelten Zeiten liegen über denen, die die Hersteller angegeben hatten.

Die anderen Ergebnisse aus dem Schrifttum können nicht miteinander verglichen werden. Es variieren schon die Dosierungen bei den Materialien. Die Angabe, Mischen "nach der Gebrauchsanweisung" des Herstellers ist nicht ausreichend und hat unterschiedliche Ergebnisse zur Folge. Außerdem ist für die Bestimmung der Abbindezeit der Zeitpunkt von Bedeutung, zu dem das Material in das Wasserbad gebracht werden soll, da bei einem Temperaturanstieg der Abbindeprozeß beschleunigt wird. Sowohl der Zeitpunkt als auch die Temperatur des Wasserbades (32° oder 37° C) sind jedoch unterschiedlich.

2.2. Eigene Untersuchungen

2.2.1 Prüfklima

Die Aufbewahrung aller Materialien und die Versuchsdurchführung ist in einem Klimaraum bei einer Temperatur von $23 \pm 1^{\circ} \text{C}$ und einer relativen Feuchte von $50 \pm 3 \%$ erfolgt. Temperatur und Feuchtigkeit sind von einem Thermo-hygrographen aufgezeichnet worden.

2.2.2 Rheometermethode

Das Rheometer (Abb. 2 und Abb. 3) besitzt einen elektrischen Motor, der verbunden mit einem Getriebe eine exzentrische Achse treibt. Die Exzentrizität beträgt 1 mm. Über eine Pleuelstange wird die Bewegung des Exzenters auf eine Schubstange übertragen, die sich entsprechend der Drehzahl des Exzenters um 1 mm hin- und herbewegt. Das Ende der Schubstange steht mit einer herausnehmbaren gelochten Platte über eine Feder in Verbindung (Abb. 2 Mitte). Die Lochplatte ist 1 mm stark und hat 6 x 6 Löcher von 2 mm Durchmesser im Abstand von 1,5 mm. Die Kraft, mit der die Lochplatte bewegt wird, beträgt 180 g bei einer Auslenkung von 0,1 mm. Das Hin- und Herbewegen der Lochplatte soll 10 mal in der Minute erfolgen. Auf die Lochplatte wird beidseitig das gemischte, zu prüfende Material gebracht und zwischen die feststehende untere und die anzuschraubende obere Kammer, die 3 mm voneinander entfernt sind, eingespannt (Abb. 3). Durch die beiden Kammern kann Wasser von gewünschter Temperatur gepumpt werden. Damit erzielt man eine konstante Temperatur, wie sie für die Bestimmung der Abbindezeit erforderlich ist. Die Lochplatte überträgt ihre Bewegung auf einen Schreibhebel mit einer Feder; 1 mm Ausschlag der Lochplatte entspricht einem Ausschlag der Schreibfeder von 60 mm. Nimmt die Konsistenz der Probe beim Abbinden zu, so überträgt die Feder nicht mehr die volle 1 mm - Bewegung des Exzenters. Entsprechend

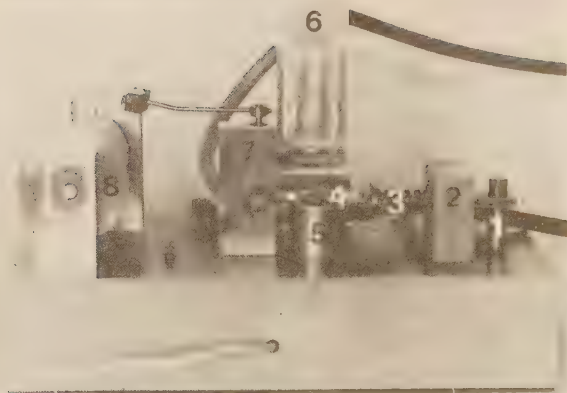


Abb. 2 Rheometer nach WILSON - Frontansicht: Exzentrische Achse (1), Lagerblock (2), Schubstange mit Feder (3), Lochplatte mit Probe (4), untere Kammer (5), obere Kammer (abgehoben 6), Lagerblock für den Schreibhebel (7), Registrier-trommel (8).

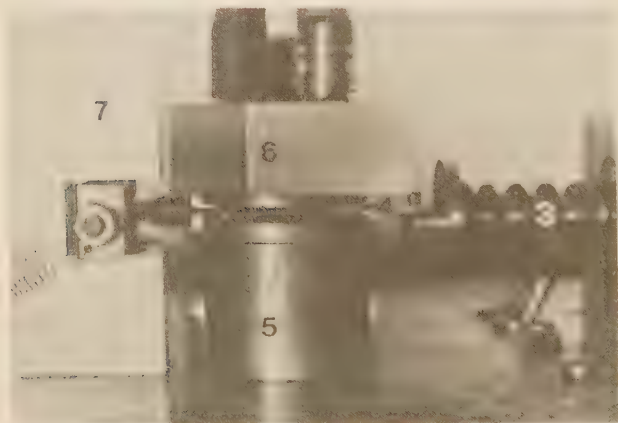


Abb. 3 Rheometer-Ausschnitt: Schubstange mit Feder (3), wasserdurchspülte Kammern (5 und 6), dazwischen die Lochplatte (4); Übertragung zum Schreibhebel mit Rückholfeder (7).

zeichnet die Schreibfeder kontinuierlich mit der Konsistenzzunahme immer kleiner werdende Ausschläge auf der Registriertrommel. Diese dreht sich mit einer Geschwindigkeit von 6 mm/min. Die Ausschläge ergeben Kurven wie beispielsweise in Abb. 6 (siehe S. 41).

2.2.2.1 für die Verarbeitungszeit

Zu Beginn eines jeden Versuches wird eine Nulllinie auf der Registriertrommel eingezeichnet. Wenn mit dem Mischen des Materials angefangen wird, schaltet man gleichzeitig den Motor für die Registriertrommel ein. 1 1/4 min nach Mischbeginn wird das Material auf beide Seiten der Lochplatte gebracht und diese in das Gerät eingespannt. Anschließend wird der Motor, der die Schubstange bewegt, eingeschaltet. Das Ende der Verarbeitungszeit ist erreicht, wenn die Weite des Ausschlages 95 % des Maximalausschlages am Anfang des Versuches beträgt.

2.2.2.2 für die Abbindezeit

Der Versuchsaufbau ist entsprechend, jedoch wird das zu prüfende Material 2 min nach Mischbeginn in das Gerät eingebracht. Die beiden wasserdurchströmten Kammern, zwischen denen sich die Probe befindet, haben jetzt die festgelegte Temperatur von $32^{\circ} \pm 1^{\circ} \text{C}$. Die Abbindezeit gilt als erreicht, wenn jede Seite der Kurve in eine gerade Linie übergeht, d.h. der Ausschlag konstant bleibt; die begrenzenden Linien werden Parallelen.

2.2.3 Methode SCHOENMAKERS

2.2.3.1 für die Verarbeitungszeit

In einem Stativ mit fester planparalleler Bodenplatte (Abb. 4) befindet sich eine vertikale Stange, die annähernd reibungslos bewegt werden kann (19, 31). Der untere Teil endet

Abb. 4 Verarbeitungszeit
nach SCHOENMAKERS -
Stativ mit Führung für
Stange mit Gewicht und
Fuß, darunter eine Pro-
be mit vier Plättchen.

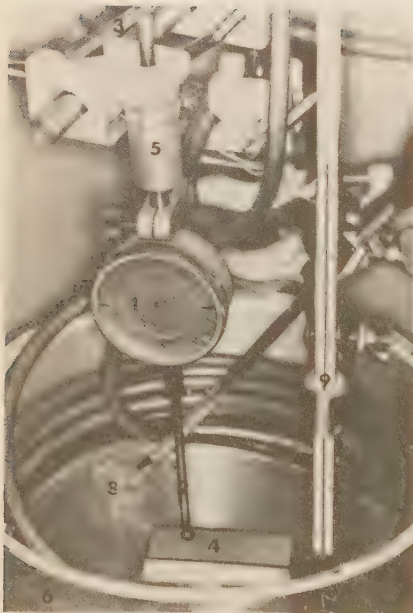
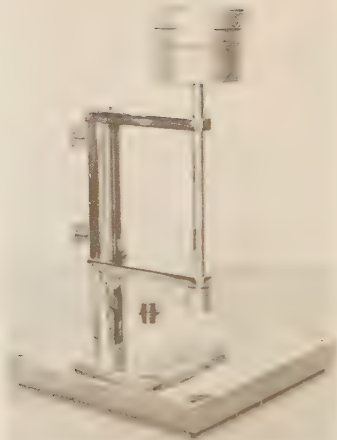


Abb. 5 Abbindezeit nach
SCHOENMAKERS -
Meßuhr (1)
Meßstab (2)
Schraube (3)
Werkstoff (4)
Ausgleichsge-
wicht (5)
Gefäß für Wasser-
bad (6)
Heizschlange (7)
Quirl (8)
Kontrollthermo-
meter (9)

in einer kreisrunden Platte mit einem Durchmesser von 20 mm. Das Gewicht des oberen Teils kann je nach Konsistenz des zu untersuchenden Materials verändert werden. Die Gesamtlast für Materialien von fester bzw. knetbarer Konsistenz soll 2 000 g sein, von weicher bzw. normaler Konsistenz 500 g und von dünnfließender 125 g. Das angemischte Material wird auf einer planparallelen Glasplatte in einer Stärke von 2-4 mm ausgestrichen.

90 sec nach Mischbeginn wird ein planparalleles Kunststoff- oder Glasplättchen von etwa 2 g Gewicht und $2,0 \pm 0,1 \text{ cm}^2$ Fläche auf das Abformmaterial gelegt und die Glasplatte so unter die vertikale Stange mit dem Gewicht geschoben, daß diese zügig auf das Plättchen herabgelassen werden kann. 15 sec lang wird das Material belastet. Nach weiteren 15 sec wird die Glasplatte verschoben und ein neues Plättchen unter dem Fuß der vertikalen Stange zentriert und wiederum 15 sec belastet: es erfolgt also alle 30 sec eine Messung. Es werden so viele Messungen durchgeführt, bis erwartet werden kann, daß die Verarbeitungszeit überschritten ist. Anschließend wird die Schichtstärke der Probe auf 0,01 mm bestimmt, indem man vom Gesamtabstand die Stärke des Plättchens sowie der Glasplatte abzieht. Das Ende der Verarbeitungszeit ist erreicht, wenn die Schichtdicke des Materials doppelt so groß oder größer als bei der ersten Messung ist.

2.2.3.2 für die Abbindezeit

Hierzu sieht SCHOENMAKERS (19, 31) ein zweites Gerät vor (Abb. 5). An einem Stativ ist eine Meßuhr (1) mit einer Skaleneinteilung von 0,01 mm befestigt. Der mit dem Zeiger in Verbindung stehende Meßstab (2) endet in einer Stahlkugel vom Durchmesser $6,4 \pm 0,1 \text{ mm} = 1/4 \text{ Zoll}$. Die Schraube oben (3) ermöglicht es, die Kugel 2 mm tief in das Material (4) zu drücken. Die Meßkraft des Meßstabes mit der Stahlkugel

soll $0,6 \pm 0,02$ N betragen; dies ist durch ein Ausgleichsgewicht (5) gewährleistet.

Die Kraft von 0,6 N ist ermittelt worden, indem beim Absenken und Hochziehen des Meßstabes für verschiedene Einstellungen (bei 0 mm, 10 mm, 20 mm und 30 mm) das Gewicht von Kugel, Meßstange und leerer Dose bestimmt worden ist, um das Ausmaß der Reibung festzustellen. Aus den gefundenen Meßpunkten ist ein Weg - Gewicht - Diagramm gezeichnet, aus dem Kurvenverlauf die mittlere Meßkraft zwischen 1 mm und 3 mm bestimmt und das noch fehlende Gewicht mit Bleischrot ergänzt worden.

Das zu prüfende Material kommt bei SCHOENMAKERS' Methode in ein Metallkästchen mit den Maßen 60 mm x 20 mm und einer Höhe von 5 mm.

Die Messungen finden in einem Wasserbad (6) von $32^{\circ} \pm 1^{\circ}$ C statt. Dabei hat die Heizschlange aus Kupferrohr (7) Anschluß an einen Thermostaten TP 32 der Firma Haake, damit eine konstante Temperatur des Wasserbades gewährleistet ist. Ein elektrisch angetriebener Quirl (8) sorgt für eine gleichmäßige Umwälzung des Wassers; ein Kontrollthermometer (9) zeigt die Temperatur an.

Das Material wird gemischt, in das Metallkästchen gefüllt und mit einer Polyäthylenfolie sowie einer Glasplatte abgedeckt, so daß eine möglichst glatte Oberfläche entsteht. Kästchen und Abdeckplatte werden 90 sec nach Mischbeginn in das Wasserbad von 32° C gebracht. Sobald das Material eine gewisse Festigkeit erreicht hat, sollen Glasplatte und Folie entfernt werden. 4 min, nachdem mit dem Anmischen des Werkstoffes begonnen wurde, berührt die Kugel des Meßstabes die Oberfläche des Abformmaterials. 10 sec später wird der Zeigerstand abgelesen und als Messung A notiert. Weitere 5 sec später wird die Kugel 2 mm tief mit der Schraube in die Probe gedrückt, für 10 sec so belassen, und dann wird das Material entlastet; nach 1 min wird die Meßkugel erneut auf das Material aufgesetzt, 10 sec später eine zweite Ablesung vor-

genommen und als Messung B aufgezeichnet. Alle 2 min wird dieser Vorgang wiederholt.

Die Differenzen zwischen den zusammengehörigen Messungen B und A werden errechnet. Die Abbindezeit gilt als erreicht, wenn die bleibende Verformung des Materials, also die jeweiligen Differenzen der Messungen A und B, für die Silikonmassen 0,15 mm bzw. für die Polysulfide 0,25 mm beträgt; Polyäther sind in der Einteilung nicht vorgesehen.

2.2.4 Konsistenzmessung

Zur Bestimmung der Konsistenz kann ein Gerät ähnlich dem zur Bestimmung der Verarbeitungszeit nach SCHOENMAKERS verwendet werden (19). Das Gewicht von Fuß, vertikaler Stange und Oberteil beträgt für diese Versuche $1\,500 \pm 2$ g. 0,5 ml gemischtes Material werden zwischen zwei mit 0,02 mm starker Polyäthylenfolie bedeckte Glasplatten, jede 20 ± 2 g schwer, gebracht und belastet. Um 0,5 ml Werkstoff abmessen zu können, soll das angemischte Material in eine Glasröhre mit einem inneren Durchmesser von annähernd 6,5 mm und einem Hohlraum von 0,5 ml gebracht und auf eine Glasplatte gedrückt werden. Diese 0,5 ml Abformmasse sollen mit einer zweiten Glasplatte und den $1\,500$ g $1\frac{3}{4}$ min nach Mischbeginn für schnellabbindende Materialien bzw. $2\frac{3}{4}$ min für langsamabbindende belastet werden. Unter einem schnellabbindenden Werkstoff versteht man einen Werkstoff, der innerhalb von 5 min abbindet; eine Abformmasse bindet langsam ab, wenn sie innerhalb von 5 bis 10 min abbindet (19).

2.2.5 Untersuchte Materialien

Es sind 19 Materialien untersucht worden; davon gehören 6 in die Gruppe der Polysulfide, 12 in die der Silikone und 1 in die der Polyäther,

Nach den Angaben der Hersteller und dem Verwendungszweck der Abformmassen sind 8 von fester, 5 von normaler und 6 von dünnfließender Konsistenz. Tabelle 1 zeigt eine Zusammenstellung der verwendeten Materialien.

Nr.		Material	Hersteller bzw. Lieferfirma	Chargennr. Grundmasse/ Akzelerator
Polysulfide	1	Rubberjel light bodied	De Trey	3470/4270
	2	Rubberjel regular	"	6370/35769
	3	Rubberjel heavy bodied	"	3570/32869
	4	Permlastic light bodied	Kerr/Ritter	D686/CD686
	5	Permlastic regular	"	F047/EF047
	6	Permlastic heavy bodied	"	E823/DE823
Silikone	7	Xantopren blau	Bayer	117E/1E (soft-Härter)
	8	Xantopren grün	"	65E/1E (soft-Härter)
	9	Xantopren gelb	"	71187/1D (normal- Härter)
	10	Xantopren function	"	44E/5E/3E
	11	Optosil	"	269E/25E
	12	Siliasoft	Detax	ohne
	13	Silaplast	"	ohne
	14	Lastic ultrafeinst	Kettenbach	008/ohne
	15	Lastic 55	"	0050/ohne
	16	Zafo	"	ohne
	17	Xirux F	Woelm	240/120
	18	Xirux	"	4179/0446
Polyäther	19	Impregum	Espe	1462/0446

Tab. 1 Untersuchte Materialien

2.2.6 Versuchsdurchführung

2.2.6.1 Mengenverhältnisse

Der ISO-Entwurf schreibt vor, daß das Material nach den Angaben des Herstellers gemischt werden soll. Um reproduzierbare und vergleichbare Ergebnisse zu erhalten, muß für jeden Versuch von einem gleichen Mischungsverhältnis und von gleichen Mengen ausgegangen werden. Nur für Rubberjel ist vom Hersteller ein Gewichtsverhältnis in Gramm angegeben, das für die Versuchsreihe übernommen werden konnte. Die anderen Hersteller geben zur Dosierung an, gleiche Stranglängen von Grundsubstanz und Akzelerator oder zu einer Stranglänge Paste die den Teilstrichen auf dem Mischbock entsprechende Tropfenzahl des Härters oder bei flüssigen Grundmassen die mitgelieferten Näpfe zum Abmessen mit der entsprechenden Tropfenzahl Härter zu verwenden. Achtet man darauf, daß der aus einer Tube ausgepreßte Strang einen der Tubenöffnung entsprechenden Querschnitt hat, so ergeben gleiche Stranglängen annähernd gleiches Gewicht. Auch die Tropfflaschen liefern fast gleichschwere Tropfen. Für vergleichbare Versuchsreihen ist dieses Vorgehen jedoch nicht genau genug. Deshalb ist es notwendig, das Verhältnis von Grundmaterial zu Akzelerator abzuwiegen. Zunächst werden dreimal der Gebrauchsanweisung entsprechende Mengen abgewogen; differieren sie stark, erfolgen zwei weitere Bestimmungen. Das arithmetische Mittel aus den drei bzw. fünf Wägungen gilt als standardisiertes Mischungsverhältnis für die folgenden Versuche. In Tabelle 2 sind die gefundenen Gewichtsverhältnisse aufgeführt.

2.2.6.2 Mischen

Bei den Silikonem von dünnfließender bzw. normaler Konsistenz läßt sich der Härter zügig mit einem Spatel in die Grundsubstanz einmischen. Bei den Knetmassen wird die Härterflüssigkeit auf die breitausgedrückte Grundmasse getropft, eingespattelt und anschließend das Gemisch mit den Fingern durch-

Nr.		Material	$\frac{x \text{ g Akzelerator}}{100 \text{ g Grundmasse}}$
Polysulfide	1	Rubberjel light bodied	100,00
	2	Rubberjel regular	18,20
	3	Rubberjel heavy bodied	18,20
	4	Permlastic light bodied	88,90
	5	Permlastic regular	100,00
	6	Permlastic heavy bodied	55,00
Silikone	7	Xantopren blau	3,27
	8	Xantopren grün	2,00
	9	Xantopren gelb	1,07
	10	Xantopren function	0,72 rot; 0,84 gelb
	11	Optosil	1,00
	12	Silasoft	4,36
	13	Silaplast	3,55
	14	Lastic ultrafeinst	3,00
	15	Lastic 55	0,73 gelb; 0,63 blau
	16	Zafo	0,80
	17	Xirux F	3,33
	18	Xirux	1,40
Polyäther	19	Impregum	14,45

Tab. 2 Untersuchte Materialien und standardisiertes Mischungsverhältnis g/g nach der Gebrauchsanweisung

geknetet. Teilweise ist der Härter nur einige Sekunden, teilweise bis zur Hälfte der gesamten Anmischzeit eingespatelt worden; es ergeben sich hierbei keine unterschiedlichen Meßergebnisse.

Bei Xantopren blau ist mit der mittleren angegebenen Tropfenzahl soft-Härter, bei Xantopren grün und gelb ist mit normalem Härter gearbeitet worden. Bei allen Silikonen, bei denen die Hersteller verschiedene Härtermengen für verschiedene Reaktionszeiten angeben, ist von der mittleren Dosierung der Härterflüssigkeit ausgegangen worden.

Es erweist sich als vorteilhaft, wenn Grundsubstanz und Härter verschiedenfarbig sind. Beim Erreichen einer gleichmäßigen Mischfarbe ohne Schlieren kann man sicher sein, eine homogene Mischung erzielt zu haben.

Die ermittelten Werte für eine homogene Mischung liegen im Bereich der vom Hersteller angegebenen Zeitintervalle. Die für die Versuche zur Verarbeitungs- bzw. Abbindezeit sowie für die Konsistenzbestimmung benötigten Mischzeiten gibt Tabelle 3 an. Für den Konsistenztest sind kürzere Mischzeiten zu erreichen, da nur 0,5 ml Abformmaterial notwendig sind.

Ebenfalls in Vorversuchen ist ermittelt worden, wieviel angemischtes Material erforderlich ist, um den Hohlraum zwischen den Kammern des Rheometers, das Metallkästchen nach SCHOENMAKERS zu füllen und um die Glasplatte, die zur Bestimmung der Verarbeitungszeit nach SCHOENMAKERS verwendet wird, ausreichend zu bedecken. Die benutzten Materialmengen sind in den Tabellen 7 und 8 im Anhang zu finden.

2.2.6.3 Einbringen in das Meßgerät und Meßbeginn

2.2.6.3.1 Rheometer

Beim Arbeiten mit dem Rheometer sind für das Auftragen des Abformwerkstoffes auf die Lochplatte und deren Einspannen

Material	Mischzeiten		
	Angabe des Herstellers	für die Bestimmung der Verarbeitungs- und Abbindezeit	
		In sec	
1 Rubberjel light bodied	30-45 sec	45	30
2 Rubberjel regular			
3 Rubberjel heavy bodied			
4 Permlastic light bodied			
5 Permlastic regular	ca 1 min	60	30
6 Permlastic heavy bodied		60	
7 Xantopren blau	ca 1/2 min	50	50
8 Xantopren grün			
9 Xantopren gelb			
10 Xantopren function	30 sec	50	25
11 Optosil	ca 30 sec	45	50
12 Silasoft	ca 20 sec	20	20
13 Silaplast	Durchkneten, bis die Masse weich und geschmeidig ist	55	55
14 Lastic ultrafeinst	Mischen und Applizieren in 1 min	50	20
15 Lastic 55	30 sec	50	25
16 Zafo	bis 1 min Mischen und Applizieren	50	50
17 Xirux F	ca 1 min	45	20
18 Xirux	maximal 1 min	45	55
19 Impregum	Mischen, bis eine völlig homogene Masse entstanden ist	45	50

Tab. 5 Mischzeiten nach der Gebrauchsanweisung und wie für die Versuche verwendet

in das Gerät 15 bis 30 sec erforderlich. Wird bei 1 min 15 sec mit diesem Arbeitsgang begonnen, wie es der ISO-Entwurf vorsieht, so bedeutet dies, daß die Kurvenzeichnung erst bei 1 min 30 sec bis 1 min 45 sec anfängt. Zu diesem Zeitpunkt ist bei den Silikonem bereits der Abbindeprozeß erkennbar. Deshalb muß das Material bei allen Versuchen schon nach 1 min auf die Lochplatte gebracht und diese bereits nach 1 min 15 sec in das Gerät eingespannt sein, so daß die Kurvenaufzeichnung zu diesem Zeitpunkt beginnen kann. Bei Xantopren gelb und Lastic 55 ist bei 1 min 15 sec der Abbindeprozeß schon zu weit fortgeschritten, um mit der Messung zu beginnen. Bei diesen beiden Werkstoffen setzt die Messung bei 1 min ein. Bei 1 min 20 sec bis zu 1 min 25 sec liegt der Meßbeginn von Permlastic light bodied, Permlastic regular und Permlastic heavy bodied. Sie können auf Grund ihrer Klebrigkeit nicht schneller in das Rheometer eingebracht werden; die Verzögerung ist wegen der langen Verarbeitungszeit der Polysulfide bedeutungslos.

Für die Messung der Abbindezeit soll das zu prüfende Material gemäß dem ISO-Entwurf nach 2 min in das Rheometer eingebracht werden. Dies läßt sich bei den meisten Silikonem wiederum nicht verwirklichen, da mit Fortschreiten des Abbindeprozesses die Werkstoffe bereits zu fest geworden sind. Daher muß die Lochplatte mit dem Material zum frühest möglichen Zeitpunkt, bei 1 min 40 sec, in das Rheometer eingespannt werden. Der Motor, der die Schubstange mit der Lochplatte in Bewegung bringt, wird bei 2 min angestellt. Noch kürzere Zeiten müssen mit den Knetmassen Xantopren gelb, Silaplast, Zaflo und Xirux sowie mit dem dünnfließenden Abformmaterial Lastic ultrafeinst erreicht werden. Die Knetmassen sind nach 1 min 40 sec schon so fest und Lastic ultrafeinst so weit abgebunden, daß die obere Kammer nicht mehr heruntergedrückt und festgeschraubt werden kann. Für Zaflo beginnt die Kurvenaufzeichnung nach 1 min, für Xantopren

gelb, Xirux und Lastic ultrafeinst bei 1 min 15 sec und für Silaplast bei 1 min 30 sec. Die Materialien sind dann schon 15 sec lang einer Temperatur von 32° C ausgesetzt.

2.2.6.3.2 bei der Methode SCHOENMAKERS

Nach dem ISO-Entwurf soll bei dieser Bestimmung der Verarbeitungszeit die erste Messung bei 1 min 30 sec stattfinden. Auch dieser Meßbeginn liegt für einige schnellabbindende Silikone zu spät. Bei der zweiten Messung, bei 2 min, ist das Plättchen nur noch oberflächlich in das Material eingedrückt; bei der dritten Messung, 30 sec später, liegt das Plättchen nur noch lose auf der Abdruckmasse. Aus diesen Ergebnissen läßt sich keine realistische Verarbeitungszeit ermitteln. Deshalb wird für die Abformwerkstoffe Xantopren gelb, Lastic ultrafeinst, Lastic 55, Zafo und Xirux die erste Messung bereits bei 1 min vorgenommen.

Für die Bestimmung der Abbindezeit nach SCHOENMAKERS ist die erste Messung nach 4 min durchzuführen. Das bedeutet, daß die Glasplatte und die Polyäthylenfolie nach 3 min 30 sec entfernt werden müssen; die sechs untersuchten Polysulfide und die Silikone Silasoft und Xirux kleben zu diesem Zeitpunkt jedoch so stark an der Folie, daß beim Versuch, diese abziehen, große Anteile des Materials aus dem Kästchen herausgerissen werden. Versuche haben gezeigt, daß die Polysulfide bis kurz vor Ende des Abbindeprozesses an Metall, Glas und Polyäthylenfolie haften bleiben, auch wenn diese teflonbeschichtet werden. Für alle untersuchten Abformwerkstoffe läßt sich die Methode anwenden, die Glasplatte mit Maschinenöl zu beschichten. So kann man überschüssiges Material leicht abpressen und die Glasplatte entfernen, bevor die Materialprobe in das Wasserbad muß. Die Glasplatte sollte nicht mit in das Wasserbad gelegt werden, da Öl sonst hineingelangt; auch so wird das Wasser noch von Ölsuren, die an der Abformmasse haften, getrübt.

Der Zeitpunkt der ersten Messung, 4 min nach Mischbeginn, liegt für schnellabbindende Werkstoffe zu spät. Deswegen findet sie bereits nach 3 min für Silaplast, Lastic ultrafeinst und Lastic 55 statt.

2.2.6.3.3 bei der Konsistenzbestimmung

Hierbei wird ein bestimmtes Volumen mit einer definierten Kraft zu einer Scheibe breitgedrückt; der Durchmesser der Scheibe ist von der Konsistenz abhängig. Nach dem ISO-Entwurf soll ein Volumen von 0,5 ml mit Hilfe einer Glasröhre abgemessen werden. Es ist eine Röhre von 10 mm Durchmesser benutzt worden, wie sie bei der Prüfung von Silikaten Verwendung findet. Erst nach dem Einfüllen des angemischten Materials in den vorgegebenen Hohlraum der Glasröhre und dem Auspressen des abgemessenen Volumens kann die Messung für die Konsistenzbestimmung durchgeführt werden. Soll die Prüfung sinnvoll sein, so muß sie in die Verarbeitungszeit fallen. Es zeigt sich aber, daß man bei den schnellabbindenden Werkstoffen bereits wieder in den Abbindezeitraum gerät, bevor die Probe der Belastung von 1 500 g ausgesetzt werden kann. Das Volumen von 0,5 ml muß also anders abgemessen werden. Bestimmt man das Gewicht von 0,5 ml Abformmasse, kann man, entsprechend dem Mittelwert aus drei oder fünf Wägungen, die dafür nötigen Mengen an Einzelbestandteilen (Tab. 7 im Anhang) vor dem Mischen abwiegen. Dabei sind, mit Ausnahme der Knetmassen, etwa 10 % Materialverluste, die auf dem Mischblock und am Spatel verbleiben, zuzuschlagen. So kann 1 min nach Mischbeginn direkt die Konsistenzprüfung anfangen; durch nachträgliches Wiegen der Probe nach dem Versuch werden ungenaue Mengen, die mehr als 2,5 % abweichen, herausgefunden und ihre Meßwerte ausgeschlossen.

Mit allen 19 Materialien ist so verfahren worden; anders als im ISO-Entwurf, der für schnell- und langsamabbindende Werkstoffe unterschiedliche Belastungszeiten vorsieht.

2.2.6.4 Meßdauer und Bestimmung der Meßwerte

2.2.6.4.1 beim Rheometer

Nachdem der Meßbeginn festgelegt ist, wird jetzt den Anweisungen des ISO-Entwurfs wieder gefolgt. Für die Verarbeitungszeitbestimmung ist es notwendig, so lange zu warten, bis die Kurvenaufzeichnung eine Abnahme des Ausschlages erkennen läßt. Zur Ermittlung der Abbindezeit sollte der Versuch über 20 min, bei langsamabbindenden Werkstoffen bis 25 min dauern. Zwei Kurven, wie sie im Rheometer entstehen, zeigt Abb. 6; aus der oberen Kurve wird die Verarbeitungszeit, aus der unteren die Abbindezeit ermittelt. Hinter der Nulllinie ist als freies Feld der Zeitraum erkennbar, in dem der Abformwerkstoff gemischt und in das Gerät eingebracht wird. Sobald der zweite Motor eingeschaltet ist, entsteht die fortlaufende Kurvenaufzeichnung. Der obere Pfeil zeigt das Ende der Verarbeitungszeit, das definitionsgemäß bei 95 % des Anfangsausschlages erreicht ist; der untere Pfeil weist auf das Ende der Abbindezeit, wenn die obere und untere Kurvenlinie parallel werden.

Für die Polysulfide (Abb. 7 linke Seite), den Polyäther sowie für die dünnfließenden und normal konsistenten Silikone (Abb. 8 linke Seite, die beiden oberen Kurven) ist das Ende der Verarbeitungszeit gut zu bestimmen, weil ihr Anfangsausschlag die maximal mögliche Weite ganz oder doch annähernd erreicht. Bei den Knetmassen, den Silikon Xantopren gelb (Abb. 9, oben links), Optosil (Abb. 9, oben rechts), Xirux (Abb. 9, Mitte links und rechts) und Zafol ist der Anfangsausschlag sehr klein, da die Kraft, mit der die Lochplatte hin- und herbewegt wird, nicht ausreicht. Der Punkt, bei dem 95 % des minimalen Ausschlages erreicht sind, läßt sich dementsprechend schlecht bestimmen. Außerdem kann die Weite des zweiten Ausschlages bei schnellabbindenden Materialien bereits weniger als 95 % betragen. Ein weiterer Nachteil ist das "Einpendeln" der Kurven (Abb. 9, Mitte rechts). Die Ausschlagsweite bei den ersten drei

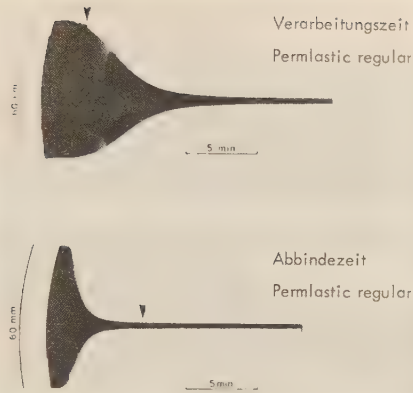


Abb. 6 Verarbeitungszeit 3 min 55 sec (oben, 95 % des Anfangsausschlages) und Abbindezeit 8 min 40 sec (unten, parallele Spur) von Permlastic regular mit dem Rheometer nach WILSON (Papliervorschub 1 mm/10 sec).

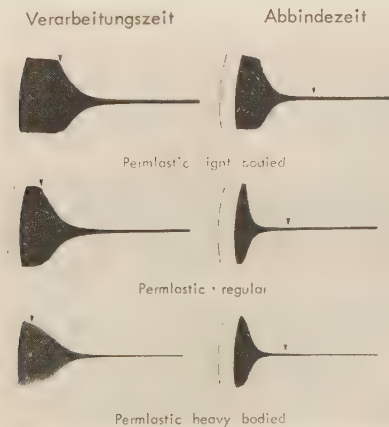


Abb. 7 Verarbeitungszeiten (links) und Abbindezeiten (rechts) mit dem Rheometer gemessen; oben Permlastic light bodied (5 min 40 sec und 11 min 50 sec), Mitte Permlastic regular (3 min 25 sec und 8 min 50 sec), unten Permlastic heavy bodied (2 min 20 sec und 8 min 20 sec).

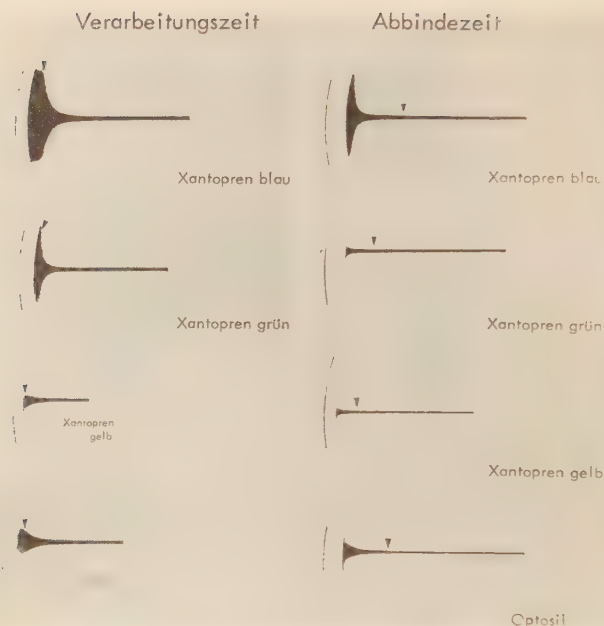


Abb. 8 Verarbeitungszeiten (links) und Abbindezeiten (rechts) mit dem Rheometer gemessen; oben Xantopren blau (2 min 10 sec und 7 min 40 sec), darunter Xantopren grün (1 min 40 sec und 4 min 50 sec), vorletzte Reihe Xantopren gelb (1 min 35 sec und 3 min 25 sec), unten Optosil (2 min 10 sec und 6 min 25 sec). Das Kurvenbild des Polyäthers würde zwischen den beiden oberen Silikonkurven liegen.

bis fünf Ausschlägen (also nach 30 bis 50 sec) nimmt zu, um dann wieder abzunehmen. In diesen Fällen ist der Maximal- und nicht der Anfangsausschlag mit 100 % festgelegt worden.

Die Abb. 9 zeigt in der Mitte zwei Versuche mit dem gleichen Material bei unveränderten Bedingungen. Die unterschiedlichen Meßwerte ergeben sich, weil homogene Mischungen bei Knetmassen nicht zu erreichen sind.

Daß der Kurvenausschlag im Rheometer bei Knetmassen so gering ist, hat seine Ursache nicht allein in der festen Kon-

Verarbeitungszeiten



Abb. 9 Verarbeitungszeiten: oben links Xantopren gelb (1 min 35 sec), oben rechts Optosil (2 min 10 sec), Mitte links und rechts Xirux (1 min 15 sec und 2 min 25 sec). Unten Kurvenbilder von Grundsubstanzen ohne Härter, links Xirux, rechts Xantopren gelb.

sistenz der Grundsubstanz, sondern wird zum großen Teil vom ablaufenden Abbindeprozeß bestimmt. Dies zeigt der untere Teil der Abb. 9, der den Kurvenverlauf bei Raumtemperatur von zwei Knetmassen ohne Härter darstellt. Bei Xirux wird die Ausschlagsweite fast ganz, bei Xantopren gelb zu zwei Dritteln erreicht; hieraus ist auf eine festere Konsistenz der Grundmasse von Xantopren gelb zu schließen.

Daß die Wärmeentwicklung den Abbindeprozeß und somit die Konsistenzzunahme beschleunigt, zeigt sich in Abb. 6 unten, in Abb. 7 und 8 rechts an der schnelleren Abnahme des Kurvenausschlages.

Der Endpunkt der Abbindezeit ist bei allen Materialien schwer zu bestimmen, da der Übergang der Kurve zur

Parallelität sich allmählich vollzieht; Ist schon der Anfangsausschlag gering, wie bei den Knetmassen, so läßt sich die Abbindezeit nur ungenau oder gar nicht mehr bestimmen.

2.2.6.4.2 bei der SCHOENMAKERS-Methode

Liegt das zuletzt belastete Plättchen nur noch lose auf der Materialprobe, so Ist der Versuch zur Verarbeitungszeit beendet.

Die Materialien sind in drei Gruppen eingeteilt. Zu den dünnfließenden Massen gehören und sind daher mit 125 g belastet worden: Rubberjel syringe, Permlastic light bodied, Xantopren blau, Silasoft, Lastic ultrafeinst und Xirux F. In der Gruppe der Werkstoffe von normaler Konsistenz sind: Rubberjel regular, Permlastic regular, Xantopren grün, Lastic 55 und Impregum; sie sind einer Belastung von 500 g ausgesetzt worden. In die letzte Gruppe kommen und sind mit 2 000 g belastet worden: Rubberjel heavy bodied, Permlastic heavy bodied, Xantopren gelb, Xantopren function, Optosil, Silaplast, Zafo und Xirux.

Xirux F ist außer der Belastung von 125 g auch der von 500 g ausgesetzt worden. Die Verarbeitungszeit differiert dann, kaum meßbar, um nur 1 sec.

Die gemessenen Werte sind in ein Koordinatensystem eingetragen worden, auf dessen Abszisse die Zeit in min und auf dessen Ordinate die Schichtdicke in mm eingezeichnet sind. Aus diesen graphischen Darstellungen läßt sich der gesuchte Zeitpunkt ohne Schwierigkeiten bestimmen.

Abb. 10 zeigt auf der linken Seite den Kurvenverlauf für die Verarbeitungszeit der Polysulfide, in derselben Reihenfolge wie in Abb. 7. Entsprechend verhält es sich mit den Silikonem der Abb. 11 zur Abb. 8.

Die Abbindezeit ist erreicht, wenn die beiden letzten Meßwerte von Silikonem kleiner als 0,15 mm und von Polysulfiden kleiner als 0,25 mm sind.

Verarbeitungszeit

Abbindezeit

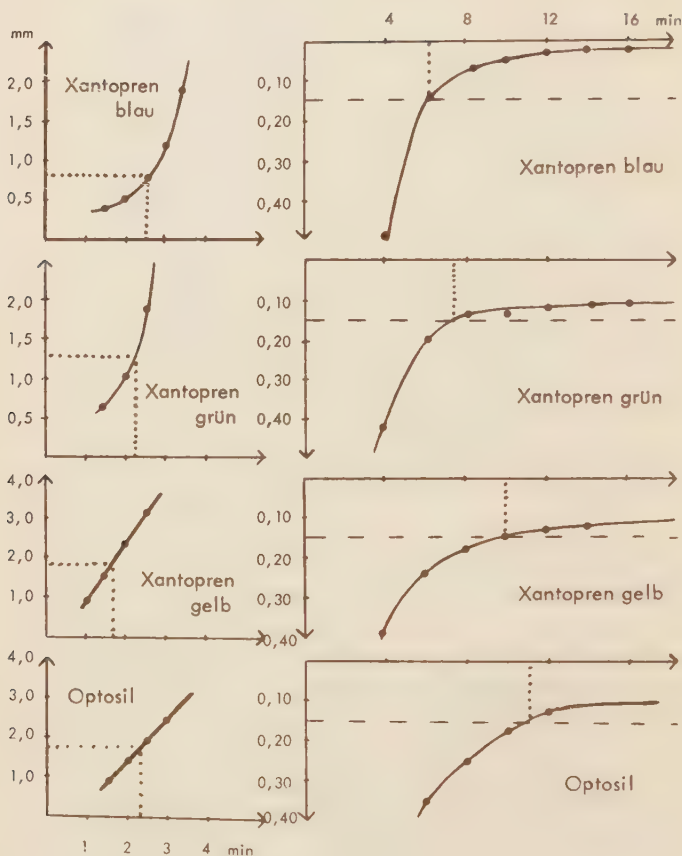


Abb. 11 Verarbeitungszeiten (links) und Abbindezeiten (rechts) nach der Methode SCHOENMAKERS; oben Xantopren blau (2 min 30 sec und 6 min 0 sec), darunter Xantopren grün (2 min 12 sec und 7 min 24 sec), vorletzte Reihe Xantopren gelb (1 min 42 sec und 10 min 0 sec), unten Optosil (2 min 18 sec und 10 min 42 sec).

Die Meßdaten aus den Versuchen sind in ein Koordinatensystem eingezeichnet worden, bei dem die Abszisse wiederum die Zeit in min und die Ordinate die durch die Krafteinwirkung hervorgerufene Deformierung in mm angeben.

Die Abb. 10 zeigt auf der rechten Seite den Kurvenverlauf für die Abbindezeit von den drei Polysulfiden; die Abb. 11 ebenfalls auf der rechten Seite den der vier Silikonmassen.

Der Polyäther ist in der Einteilung des ISO-Entwurfes nicht enthalten. Er ist der Gruppe der Silikone zugeordnet worden. Käme er in die Gruppe der Polysulfide, so würde die Abbindezeit sich um 2 min verkürzen.

2.2.6.4.3 bei der Konsistenz

Bei der Konsistenzbestimmung wird die Probe 1 min nach Mischbeginn 5 sec lang belastet. Proben, deren Volumen mehr als 2,5 % abweichen, werden bei der Auswertung nicht berücksichtigt. Die 2,5 % - Grenze ist in Vorversuchen als tolerierbar ermittelt worden. Es ist zu erwarten, daß bei kleineren oder größeren Materialmengen der Durchmesser, der die Konsistenz ausdrücken soll, entsprechend ab- bzw. zunimmt; dies ist unter anderem für das Material Impregum überprüft worden. Die Abb. 12 zeigt auf der Abszisse die Durchmesser (in mm) der Proben und auf der Ordinate ihre Gewichte. Die eingetragene Horizontale bei 0,547 g entspricht den geforderten 0,5 ml Abformmasse. Theoretisch müßte ein linearer Zusammenhang bestehen. Der Schnittpunkt zwischen dieser Geraden und der Horizontalen ergäbe den Durchmesser, den eine Probe von 0,5 ml aufzuweisen hätte. Bei der Bestimmung der Regressionsgeraden aus den zehn Meßpaaren ergibt sich ein Korrelationskoeffizient, der oberhalb einer Irrtumswahrscheinlichkeit von 10 % liegt. Ein linearer Zusammenhang kann also nicht abgeleitet werden. Die Überprüfung der anderen Materialien hat ebenfalls keine signifikanten Korrelationskoeffizienten ergeben, die Ergebnisse sind meist noch ungünstiger ge-

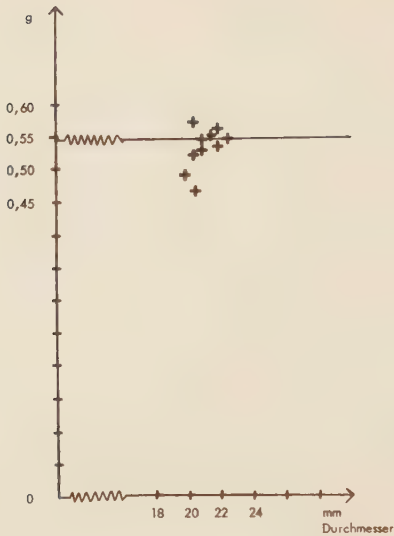


Abb. 12 Scheibendurchmesser bei der Konsistenzbestimmung in Abhängigkeit von der Probenmenge (0,5 ml = 0,547 g).

wesen. Daraus ist zu folgern, daß andere Faktoren die Konsistenz in stärkerem Maße beeinflussen als geringe Volumenabweichungen. Am Beispiel des Impregum hat sich gezeigt, daß auch bei gleichem Gewicht unterschiedliche Durchmesser resultieren, denn bei 0,547 g = 0,5 ml ist einmal ein Durchmesser von 21,0 mm und ein andermal von 22,5 mm gemessen worden.

2.2.7 Versuchsergebnisse

2.2.7.1 Verarbeitungs- und Abbindezeit beim Rheometer und bei der SCHOENMAKERS-Methode

Pro Material sind sowohl zur Verarbeitungs- als auch zur Ab-

bindezeit nach der Methode WILSON wie nach der SCHOENMAKERS je zehn Versuche durchgeführt worden, insgesamt also 760 Versuche. Die Meßwerte befinden sich im Anhang, die Mittelwerte sind in den Tab. 4 und 5 auf den beiden folgenden Seiten zusammengestellt.

Vergleicht man die Kurven zur Verarbeitungszeit der Polysulfide und Silikone im Rheometer, so ist eine deutlich schnellere Abnahme des Ausschlages bei den Silikonen erkennbar; entsprechend ist im Vergleich der Kurven nach der Methode SCHOENMAKERS bei den Silikonen der Anstieg pro Zeiteinheit größer. Das heißt, die Polysulfide sind länger verarbeitungsfähig.

Für die Abbindezeit ergibt sich beim Rheometerverfahren ebenfalls für die Silikone eine raschere Abnahme der Ausschlagweite als bei den Polysulfiden; nach der SCHOENMAKERS-Methode flachen die Kurven der Silikone schneller ab. Das bedeutet, daß die Polysulfide auch langsamer als die Silikone abbinden.

Vergleicht man die nach beiden Meßmethoden bestimmten Verarbeitungs- und Abbindezeiten miteinander, so sind nur bei sechs Materialien die Verarbeitungszeiten dieselben oder annähernd gleich (Xantopren blau, Lastic 55, Impregum, Xirux F und Xirux sowie Silaplast); alle anderen Zeiten differieren. In Abb. 13 sind die 19 untersuchten Materialien aufgeführt. Die weißen Säulen geben die Zeiten an, die mit dem Rheometer, die schwarzen die, wie sie nach der Methode von SCHOENMAKERS bestimmt worden sind. Der parallele Teil jeder Säule bis zur Markierung gibt die Verarbeitungszeit an; die Säulen enden entsprechend der Abbindezeit.

Bei den Polysulfiden gibt die Rheometermethode kürzere Verarbeitungszeiten an, bei den restlichen Silikonen sind die mit dem Rheometer gemessenen Verarbeitungszeiten zum Teil etwas kürzer, zum Teil etwas länger als nach der Methode SCHOENMAKERS. Betrachtet man die Säulenenden, so sind größere Unterschiede festzustellen, die zunächst regellos erscheinen.

Material	Verarbeitungszeit		
	Angaben des Herstellers	Rheometer-Verfahren	Methode SCHOENMAKERS In min;sec
1 Rubberjel light b.	-	2;05	3;48
2 Rubberjel regular	-	1;42	4;30
3 Rubberjel heavy b.	-	1;57	6;00
4 Permlastic light b.	-	5;25	6;23
5 Permlastic regular	-	3;31	3;42
6 Permlastic heavy b.	-	2;25	5;30
7 Xantopren blau	mit Härter ca 1 min mit soft- Härter ca 2 min	2;24	2;27
8 Xantopren grün		1;40	2;07
9 Xantopren gelb		1;34	1;45
10 Xantopren function	Plastische Phase 4-5 min	4;03	6;11
11 Optosil	ca 2 min	1;55	2;16
12 Silasoft	-	3;10	2;53
13 Silaplast	-	2;06	2;05
14 Lastic ultrafeinst	Mischen und Applizieren ca 1 min	1;43	1;18
15 Lastic 55	-	1;34	1;31
16 Zafo	Mischen und Applizieren ca 1 min	1;42	1;25
17 Xirux I	-	2;40	2;39
18 Xirux	-	1;52	1;47
19 Impregum	ca 2 min	1;46	1;53

Tab. 4 Verarbeitungszeiten

Material	Abbindezeit		
	Angaben des Herstellers	Rheometer-Verfahren in min;sec	Methode SCHOENMAKERS
1 Rubberjel light b.		9;55	9;45
2 Rubberjel regular	3 1/2-4 min	9;59	11;09
3 Rubberjel heavy b.		10;31	12;25
4 Permlastic light b.		11;50	13;20
5 Permlastic regular	ca 5 min	8;44	9;30
6 Permlastic heavy b.		8;20	18;21
7 Xantopren blau	3 min nach	7;40	6;04
8 Xantopren grün	Einführen in	4;37	7;43
9 Xantopren gelb	den Mund	4;49	9;57
10 Xantopren function	Aushärtung 9-10 min	15;51	25;00
11 Optosil	Aushärten ca 5-6 min	6;23	11;25
12 Silasoft	Material	11;07	7;36
13 Silaplast	3-4 min im Munde belas- sen	4;30	5;20
14 Lastic ultrafeinst	Abbinden im	4;33	4;18
15 Lastic 55	Munde ca	4;41	3;52
16 Zafo	3 min	4;00	7;32
17 Xirux F	erhärtert im	7;50	6;13
18 Xirux	Munde in ca 4 min	-	6;56
19 Impregum	ca 4 min im Munde belas- sen	5;41	6;53

Tab. 5 Abbindezeiten

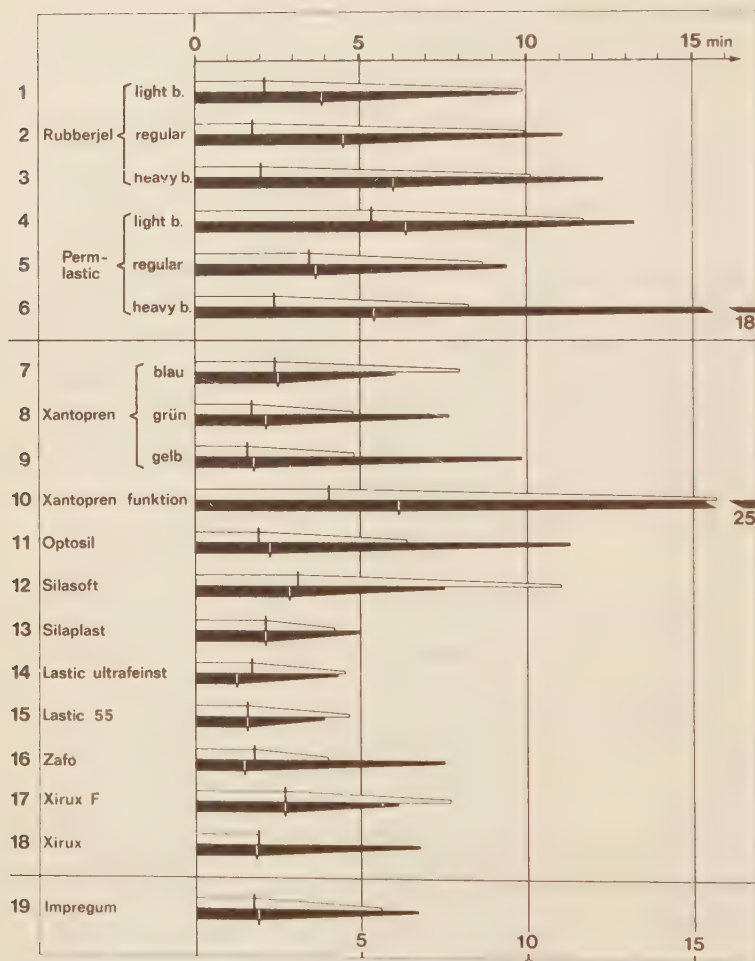


Abb. 13 Verarbeitungszeit (parallele Säulen bis zur Markierung) und Abbindezeit (rechts Ende des spitz zulaufenden Säulentells) von 19 elastomeren Abformwerkstoffen. Weiße Säulen: Rheometerverfahren nach WILSON; schwarze Säulen: Methode nach SCHOENMAKERS.

Doch sind bei den dünnfließenden Silikonen die weißen Säulen durchweg länger als die schwarzen, das bedeutet, die Abbindezeiten, wie sie mit dem Rheometer gemessen werden, sind länger als mit der Methode nach SCHOENMAKERS. Genau umgekehrt verhält es sich mit den Silikonen von fester Konsistenz, bei denen die Rheometermethode zu kürzeren Zeiten führt. Bis auf Lastic 55 sind auch die bei den Silikonen von normaler Konsistenz und dem Polyäther gemessenen Abbindezeiten nach der Methode SCHOENMAKERS länger. Nicht ganz so deutlich ist diese Abhängigkeit bei den Polysulfiden erkennbar; hier fällt Permlastic light bodied aus dieser Regel, jedoch ist auch bei den Polysulfiden mit zunehmender Konsistenz ein Übertragen der schwarzen Säulen über die weißen zu erkennen.

Zieht man also die Konsistenz mit in Betracht, so ergeben dünnfließende Abformwerkstoffe, mit dem Rheometer gemessen, längere, hingegen normale und feste Materialien wie auch Knetmassen kürzere Abbindezeiten beim Vergleich mit der Methode nach SCHOENMAKERS. Es sollen deshalb die Meßwerte von Verarbeitungs- und Abbindezeiten in Beziehung zu den Ergebnissen des Konsistenztestes gebracht werden.

2.2.7.2 Konsistenz

Die ersten Konsistenzmessungen von fünf Silikonen sind Mitte Jan. 1971 vorgenommen worden, die Konsistenzbestimmung für alle 19 Abformwerkstoffe Mitte Dez. 1971. Vergleicht man die Meßwerte der fünf Silikone von Jan. 1971 mit den 11 Monate späteren, so sind, obgleich jeweils mit Material derselben Charge gearbeitet wurde, auffallend große Unterschiede festzustellen. Die Abb. 14 zeigt die Proben von vier Silikonen aus beiden Meßserien. Eine deutliche Abnahme des Durchmessers ist zu erkennen.

In Tab. 6 sind die Mittelwerte aus je drei Messungen zusammengestellt. Um alle 19 Materialien auf Grund

Ihrer Konsistenz einordnen zu können, ist es erforderlich, die späteren Meßergebnisse der fünf Silikone zu verwenden.

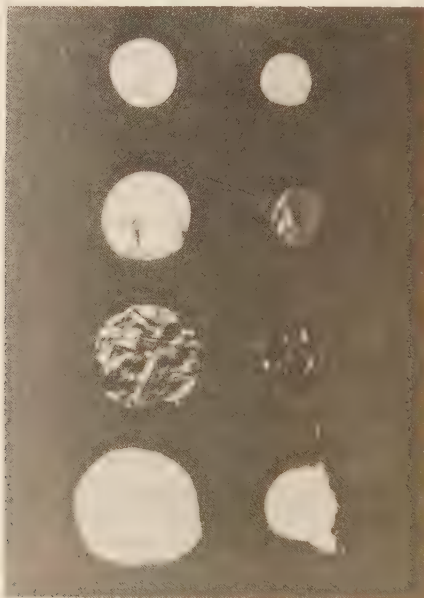


Abb. 14 Konsistenzbestimmung

links Proben von Januar 71,
rechts von Dezember 71
aus jeweils denselben Chargen:
oben Optosil 22 und 19 mm,
darunter Xantopren grün 29 und 19 mm,
vorletzte Reihe Xantopren blau 36 und 21 mm,
unten Lastic ultrafeinst 41 und 23 mm.

Material	Konsistenz in mm des Scheibendurchmessers	
	Meßreihe A	Meßreihe B
	Jan. 71	Dez. 71
1 Rubberjel light bodied		23
2 Rubberjel regular		20
3 Rubberjel heavy bodied		18
4 Permlastic light bodied		28
5 Permlastic regular		22
6 Permlastic heavy bodied		18
7 Xantopren blau	36	21
8 Xantopren grün	29	19
9 Xantopren gelb		18
10 Xantopren function		20
11 Optosil	22	19
12 Silasoft		29
13 Silaplast		19
14 Lastic ultrafeinst	41	23
15 Lastic 55		24
16 Zafo		19
17 Xirux F		22
18 Xirux	22	18
19 Impregum		22

Tabelle 6 Konsistenzbestimmung

Aus dem Konsistenztest resultieren Ergebnisse, die nur mit Vorbehalt zu gebrauchen sind. Sie sind nicht verwendbar, wenn man sie mit den Werten im ISO-Entwurf, der eine Einteilung in drei Konsistenzgruppen vorsieht, vergleicht.

2.2.8 Zusammenhang zwischen der Konsistenz und

2.2.8.1 der Verarbeitungszeit

Da beide Meßverfahren für die Verarbeitungszeit von der Konsistenz des Materials beeinflußt werden, sollen die Beziehungen festgestellt werden. Will man die Unterschiede der beiden Methoden herausfinden, muß man von den Zeitunterschieden unabhängig werden, die durch langsames oder schnelles Abbinden herrühren. Dazu werden die Zeiten nach der SCHOENMAKERS-Methode 100 % gesetzt und die nach der Rheometer-Methode in entsprechende Prozentanteile davon. Dies ist in Abb. 15 auf der Ordinate dargestellt. Dabei sind die einzelnen Materialien nach ihrer Konsistenz auf der Abszisse angeordnet. Innerhalb eines Durchmesserwertes sind die Abformmassen nach steigenden Prozentzahlen geordnet. Die gestrichelten Linien kennzeichnen die Polysulfide, die durchgezogenen die Silikone, die gepunktete Linie steht für den Polyäther. Die Nummern über der Abszisse entsprechen den Materialnummern aus den Tabellen sowie aus der Abb. 13. Der stärker ausgezeichnete Teil jeder Säule veranschaulicht die zeitliche Abweichung des mit dem Rheometer ermittelten Zeitraumes von dem Meßwert nach der SCHOENMAKERS-Methode.

Die Abb. 15 zeigt, daß sich bei Materialien von fester Konsistenz mit dem Rheometer überwiegend kleinere Werte ergeben als nach der SCHOENMAKERS-Methode, und zwar bis zu zwei Drittel. Bei den Abformmassen mit geringerer Konsistenz, ab 21 mm Durchmesser, sind die Abweichungen zwischen beiden Meßverfahren geringer, doch bleiben die Rheometer-Werte kleiner. Ausnahmen, bei denen die Rheometer-Ergebnisse größer

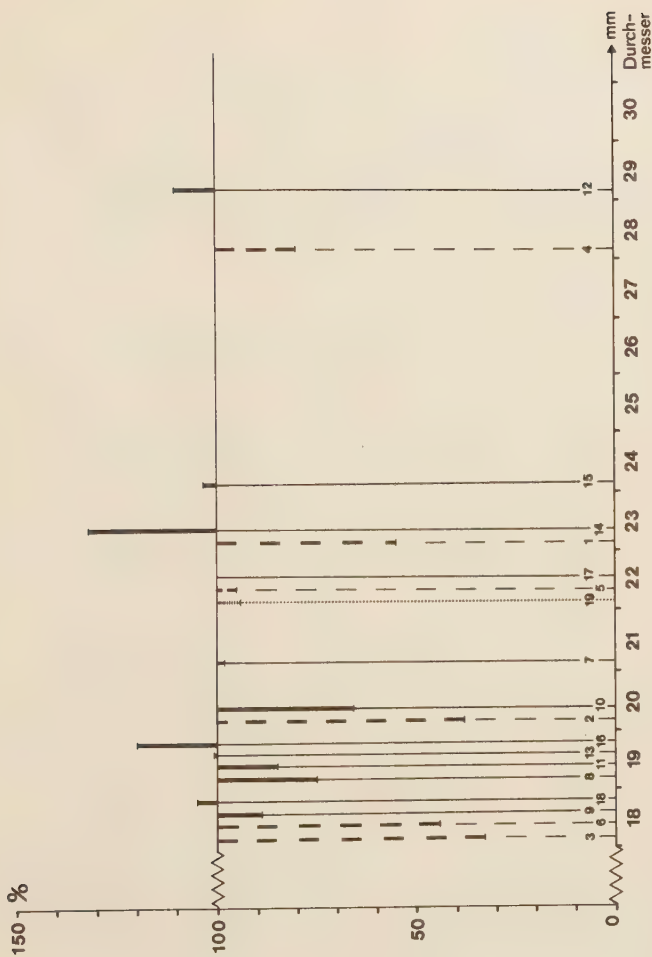


Abb. 15 Vergleich der Verarbeitungszeiten in Abhängigkeit von der Konsistenz (Scheibendurchmesser auf der Abszisse). Abweichungen der Rheometerwerte dick gestrichelt = Polysulfide, dick ausgezogen = Silikone, und gepunktet = Polyäther in % von den Werten nach der SCHOENMAKERS Methode = 100 %

sind, zeigen sich bei einigen Silikonem im gesamten Konsistenzbereich.

2.2.8.2 der Abbindezeit

Entsprechend wie in Abb. 15 für die Verarbeitungszeit sind in Abb. 16 die Abbindezeiten in Beziehung zur Konsistenz gesetzt. Auf der Ordinate sind die Rheometer-Zeiten prozentual zu den Zeiten nach SCHOENMAKERS (= 100 %) dargestellt; auf der Abszisse sind die Materialien nach ihrer Konsistenz geordnet, und zwar innerhalb eines Durchmessers wieder nach steigenden Prozentzahlen.

Das Material Nr. 18 (= Xirux) ist in der Abb. 16 nicht aufgeführt, da seine Abbindezeit im Rheometer nicht bestimmt werden kann.

Im Vergleich der beiden Methoden ergeben sich bei Materialien von fester Konsistenz, mit 18 bis 20 mm Durchmesser, für das Rheometer-Verfahren bis zu 55 % kleinere Werte. Bei geringerer Konsistenz, ab 21 mm Durchmesser, bringt die Rheometer-Methode überwiegend längere Meßzeiten, und zwar bis zu 45 % beim Material mit der geringsten Konsistenz von 29 mm Durchmesser.

Die Tendenz, daß im Rheometer Materialien von fester Konsistenz kürzere, von geringer Konsistenz aber zunehmend längere Abbindezeiten ergeben, tritt deutlicher hervor als beim Methodenvergleich zur Verarbeitungszeit.

Die graphische Darstellung legt einen Zusammenhang zwischen der Konsistenz und den Meßergebnissen aus den beiden Methoden nahe. Eine statistische Nachprüfung mit Hilfe des Vorzeichentestes und des WILCOXON-Test für Paardifferenzen ergibt jedoch keinen signifikanten Unterschied. Bei der Bestimmung des Korrelationskoeffizienten zeigt die Regressionsgerade einen sehr geringen Anstieg. Die Signifikanz dieses Anstieges läßt sich nach Prüfung mit dem t-Test aus dem 5 % Niveau nicht nachweisen.

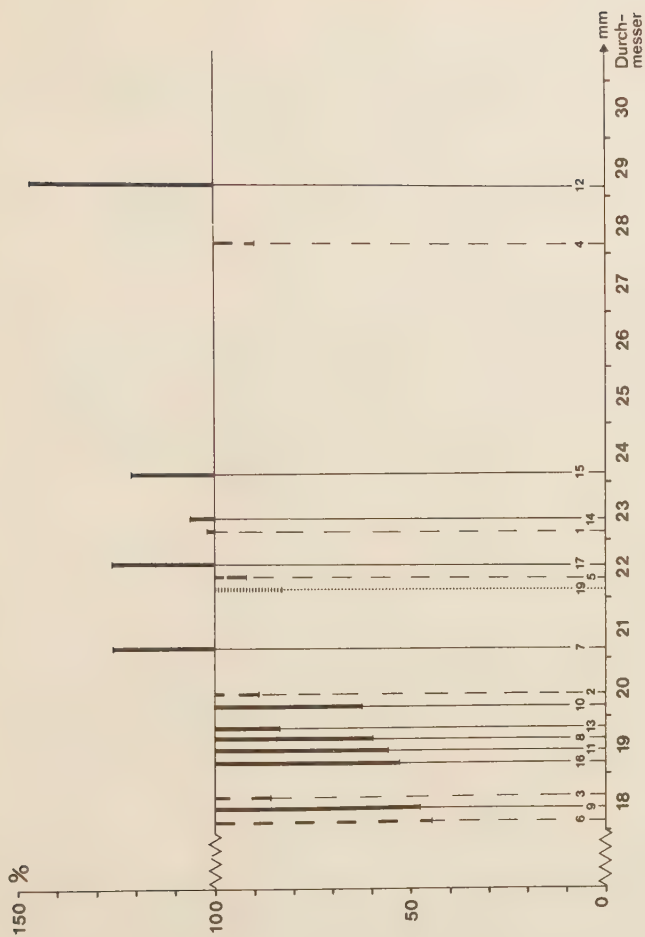


Abb. 16 Vergleich der Abbindezeiten in Abhängigkeit von der Konsistenz (Scheibendurchmesser auf der Abszisse). Abweichungen der Rheometerwerte dick gestrichelt = Polysulfide, dick ausgezogen = Silikone und punktiert = Polyäther in % von den Werten nach der SCHOENMAKERS METHODE = 100 %.

2.3 Diskussion

2.3.1 Mischungsverhältnis

Für jede Materialprüfung ist ein einheitliches Mischungsverhältnis und eine genau angegebene Mischzeit erforderlich. Das vom Hersteller angegebene Mischungsverhältnis nach Stranglänge oder Tropfenzahl scheint für den klinischen Gebrauch ausreichend genau zu sein. In den Versuchen sind konstantere Dosierungen mit geringeren Abweichungen als den von SCHWICKERATH (34) angegebenen ermittelt worden.

Da für jeden Versuch Grundmasse und Akzelerator abgewogen worden sind, ist stets dasselbe einheitliche Mischungsverhältnis benutzt worden. Unterschiedliche Meßergebnisse können also nicht mit schwankenden Mischungsverhältnissen in Zusammenhang gebracht werden.

2.3.2 Mischen

Es ist entsprechend den Gebrauchsanweisungen der Hersteller gemischt worden.

Versuche mit Knetmassen haben gezeigt, daß es für die Meßergebnisse bedeutungslos ist, ob der Härter in die Grundmasse vor dem Kneten nur für einige sec oder bis zur Hälfte der Mischzeit, also etwa 25 sec, eingespatelt wird.

Die Homogenität der gemischten Silikone, insbesondere der Knetmassen, kann, wenn die Härter farblos sind, nicht beurteilt werden. Es ist aber möglich, die Härter einzufärben, wie sich an einem Muster aus einem Internationalen Testprogramm zeigte. Die Mischungen der Polysulfide und des Polyäthers, bei denen an der Mischfarbe der Mischvorgang visuell kontrollierbar ist, sind konstanter. Bei dem Polyäther ist der Farbwechsel besonders kontrastreich.

Die Menge des zu vermischenden Materials steht in engem Zusammenhang mit dem Mischvorgang. Je mehr Material benötigt wird und durchzumischen ist, desto länger ist der dazu erforderliche Zeitraum. Zur Prüfung der Konsistenz werden nur jeweils 0,5 ml Material benötigt, deshalb ist es angezeigt, hier die Mischzeit zu verkürzen (Tab. 3).

2.2.3 Versuchsdurchführung

2.2.3.1 beim Rheometer

Nachteile zeigt das Rheometer beim Einbringen der Materialien: Je dünnfließender ein Abformwerkstoff und je länger seine Verarbeitungszeit ist, z. B. bei Permlastic light bodied und Silasoft, desto schwieriger ist es, ihn am Ausfließen aus dem Gerät zu hindern. Dies stimmt mit Feststellungen DOUGHERTYS überein (11).

Die Knetmassen hingegen sind z. T. so fest, daß sie nur mit großer Kraft oder gar nicht in das Gerät gebracht werden können. Die Masse ist so zähflüssig, daß die obere Deckplatte nicht festgeschraubt werden kann, obgleich der Prüfbeginn soweit wie irgend möglich vorverlegt worden ist, um nicht zu weit in den Abbindeprozeß zu geraten. Dies trifft besonders für Xirux zu, bei dem sich deshalb keine Abbindezeit bestimmen läßt. Jeder Abformwerkstoff, der klinisch brauchbar ist, muß aber im Meßgerät geprüft werden können.

2.3.3.2 bei der Methode SCHOENMAKERS

Ein Wegfließen der Abformmassen von dünnfließender Konsistenz ist bei dem SCHOENMAKERS-Verfahren für die Verarbeitungszeit nicht bedeutsam. Zwar kann eine gleichbleibende Schichtstärke vor dem Belasten nicht eingehalten werden, doch ist zu berücksichtigen, daß bei den leichtfließenden Massen sowieso während des Versuchs dünnere Schichtstärken erzielt werden als mit den knetbaren Materialien.

Für die Bestimmung der Abbindezeit kann die Probe nicht wegfließen, da sie sich in einem Metallkästchen befindet. Hier treten Schwierigkeiten mit der vorgesehenen Isolierung durch Polyäthylenfolie auf. Stark klebende Materialien, wie z.B. die Polysulfide, Silasoft und Xirux, haften an der Folie und werden bei deren Abziehen mitgezogen. Es sollte deshalb eine Ölisolierung vorgenommen werden. Sie ist für alle Materialien anwendbar. Ein Einfluß auf die Meßergebnisse ist dabei nicht aufgetreten.

2.3.4 Verarbeitungszeit

1. Rheometer

2. SCHOENMAKERS-Methode

Für beide untersuchten Meßmethoden gilt, daß sie durch das Stadium des Abbindeprozesses beeinflußt werden. Sowohl der Rückgang des Ausschlages auf 95 % beim Rheometer als eine Verdoppelung der Schichtdicke nach dem SCHOENMAKERS-Verfahren gehen von einer Anfangsmessung aus, bei der nicht gesagt werden kann, wie weit die Abformmasse zu diesem Zeitpunkt bereits abgebunden ist. Nur der sich rings um ein Plättchen, das belastet worden ist, bildende kleine Materialwall, gibt Anzeichen über das Stadium des Abbindeprozesses. Das Verlaufen dieses Walls weist darauf hin, daß das Material noch fließt und gut zu verarbeiten ist.

Bei den Knetmassen, die alle schnell abbinden, resultiert gleich bei der ersten Messung ein Materialwall. Dies unterstreicht die Forderung, so schnell wie möglich die erste Messung vorzunehmen; sie sollte 30 sec nach Mischende stattfinden. Dies hat auch SCHOENMAKERS (31) bei seinen eigenen Versuchen berücksichtigt.

Eine Einteilung der Materialien in drei Konsistenzgruppen (31, 19), die unterschiedlich belastet werden, ist vorteilhaft, denn auch im klinischen Gebrauch werden beim

Abformen auf Massen von fester Konsistenz stärkere Kräfte ausgeübt.

Im Rheometer werden die Materialien nicht unterschieden; die Kraft, die die Lochplatte mit dem Abformwerkstoff hin- und herbewegt, liegt stets zwischen 0 und knapp 2 kp. Sie ist für Knetmassen wie Xantopren gelb (Grundsubstanz ohne Härter, sowie Mischung mit Härter), Optosil, Silaplast, Zafo und Xirux nicht ausreichend. Bei ihnen wird die maximale Ausschlagweite nicht am Anfang, wie es zu erwarten ist, sondern nach 30 bis 50 sec erreicht, weil sich die Lochplatte erst nach drei bis fünf Bewegungen eine Spur gebahnt hat; dies entspricht sicher nicht der kontinuierlichen Konsistenzzunahme.

Abweichend von den Anweisungen WILSONs (43, 19) sind zur Festlegung der Verarbeitungszeit nicht 95 % des Anfangs-, sondern des Maximalausschlages bestimmt worden, weil anzunehmen ist, daß bei einer größeren Kraftübertragung gleich ein weiterer Ausschlag entstände und die Verringerung des Kurvenausschlages nach dem Maximalwert dürfte eher einer kontinuierlichen Konsistenzzunahme entsprechen.

Eine Beziehung zwischen der Konsistenz der Materialien und den Meßwerten aus beiden Verfahren zur Bestimmung der Verarbeitungszeit wie in Abb. 15 ist nicht deutlich nachweisbar. Dies mag zum einen daran liegen, daß die Meßmethoden für die Verarbeitungszeit durch das Stadium des Abbindeprozesses beeinflußt werden, zum anderen in den Ergebnissen des Konsistenztestes begründet sein, bei denen sich Einflüsse der Lagerzeit gezeigt haben.

2.3.4.3 andere Untersucher

DOUGHERTY (11), REHBERG und SCHWICKERATH (28) lehnen im Gegensatz zu HEDEGARD und WEIERUD (16) das Rheometer zur Bestimmung der Verarbeitungszeit ab. Nähere Begründungen werden nicht gegeben. Dieselben Autoren bezeichnen die

SCHOENMAKERS-Methode für die Verarbeitungszeit als zufriedenstellend oder brauchbar. Wie aus einem Testprogramm hervorgeht, an dem sich CHONG und DOCKING (8), DOUGHERTY (11), sowie HEDEGARD und WEIERUD (16) beteiligten, ist die Zuverlässigkeit der SCHOENMAKERS-Methode bei verschiedenen Untersuchern dreimal größer als das Rheometer-Verfahren.

2.3.4.4 Hersteller

Die Angaben der Hersteller zur Verarbeitungszeit sind unzureichend, oder es werden gar keine Zeiten genannt, wie aus Tab. 4 ersichtlich ist. Ein Vergleich mit den Meßergebnissen läßt sich deshalb nicht durchführen.

2.3.5 Abbindezeitbestimmung

1. Rheometer
2. SCHOENMAKERS-Methode

Für die Ermittlung der Abbindezeit gilt wie für die der Verarbeitungszeit, daß die Messungen möglichst früh beginnen sollen. Darauf weisen auch REHBERG und SCHWICKERATH (28) hin. Bei der SCHOENMAKERS-Methode werde sonst nur der letzte Abschnitt der Härtung erfaßt. Deshalb muß bei schnell-abbindenden Massen spätestens bei 3 min die erste Messung beginnen. Es sollte allgemein gelten, daß die erste Messung zur Abbindezeit 30 sec vor Ende der Verarbeitungszeit stattfindet.

Im Vergleich der beiden Prüfmethoden für die Abbindezeiten lassen sich differierende Endresultate feststellen. Berücksichtigt man die Konsistenz, so sind für die dünnfließenden Materialien die Meßwerte bei der Rheometermethode größer als bei der Methode SCHOENMAKERS, genau umgekehrt verhält es sich mit den Abformwerkstoffen von fester Konsistenz. Hieraus ergeben sich die Nachteile für die

Messungen mit dem Rheometer. Die dünnfließenden Massen werden, obgleich sie nach der SCHOENMAKERS-Methode bereits vom plastischen in den elastischen Zustand übergegangen sind, auf Grund ihrer Elastizität noch von den Bewegungen der Lochplatte mitgezogen. Bei den festen Massen hingegen, arbeitet die Lochplatte mit Fortschreiten des Abbindeprozesses gegen einen zu großen Widerstand an, so daß sie zu schnell und zu früh abgebremst wird: Es entsteht eine parallele Spur der Ausschläge, obgleich noch keine ausreichende Elastizität erreicht ist. Letzteres stimmt mit dem Ergebnis von REHBERG und SCHWICKERATH überein (28). Übereinstimmung besteht auch mit dem Testprogramm von CHONG und DOCKING (8), DOUGHERTY (11), HEDEGARD und WEIERUD (16), bei dem sich für drei Abformmassen von normaler Konsistenz mit dem Rheometer um 30 % kürzere Abbindezeiten als mit der SCHOENMAKERS-Methode ergeben.

Da klinisch nicht das Ausmaß der Konsistenz, sondern das Erreichen genügender Elastizitätswerte wichtig ist, um den Abdruck ohne bleibende Verformung über unterschiedliche Stellen abziehen zu können, ist eine Bestimmung der Abbindezeit mit dem Rheometer abzulehnen.

Daß ein Zusammenhang zwischen der Konsistenz und den Abbindezeiten aus beiden Prüfmethoden besteht (Abb. 16), hat sich statistisch nicht signifikant nachweisen lassen. Der Grund ist in der nicht ausreichenden Lagerfähigkeit der Materialien zu vermuten, wie sich aus den Konsistenzmessungen ergibt. Es liegt nahe, daß mit frischen Materialien ein eindeutiger Zusammenhang nachweisbar ist.

2.3.5.3 andere Untersucher

Für die Bestimmung der Abbindezeit wird das Rheometer wiederum von DOUGHERTY (11), REHBERG und SCHWICKERATH (28) abgelehnt, während HEDEGARD und WEIERUD (16) es anderen Verfahren vorziehen. Nach den Ergebnissen von CHONG und DOCKING (8), DOUGHERTY (11), sowie HEDEGARD und WEIERUD (16)

Ist auch hier die SCHOENMAKERS-Methode um das 2 1/2fache zuverlässiger, wenn verschiedene Untersucher messen. REHBERG und SCHWICKERATH (28) bevorzugen zwar das SCHOENMAKERS-Verfahren, meinen aber, ein Eindringen der Kugel um 20 % reiche aus. 40 % könnten klinisch zwar erreicht werden, der Mittelwert liege aber bei 20 %. DOUGHERTY (12) schlägt ebenfalls vor, die Kugel nur 1 mm (= 20 %) einzudrücken. Dagegen ist aber einzuwenden, daß bei einer Materialprüfung gerade die Extremwerte erst über eine allgemeine Anwendbarkeit Aufschluß geben.

DOUGHERTYS (12) weitere Empfehlung, anstelle der Kugel einen zylindrischen Fuß zu verwenden, ist nicht einzusehen.

DOUGHERTY (12) nimmt Messungen in rascherer Folge vor als die SCHOENMAKERS-Methode angibt. Dagegen ist zu sagen, daß ein Abstand von 2 Minuten - besonders bei den langsamabbindenden Materialien - voll ausreicht. Häufigere Messungen würden bedeuten, daß wesentlich mehr Abformwerkstoff benötigt würde, als klinisch notwendig wäre.

Die Abbindezeit bei einer bleibenden Verformung von 0,20 mm als beendet anzusehen, hält DOUGHERTY (12) für ausreichend.

2.3.5.4 Hersteller

Die von den Herstellern angegebenen Abbindezeiten sind in den Gebrauchsanweisungen nicht genau genug definiert. Die Zeiten sind aber durchweg kürzer, zum Teil in beträchtlichem Ausmaße, als die in den Versuchen ermittelten, wie aus Tabelle 5 ersichtlich ist (siehe Seite 51).

CHONG und DOCKING (7) sind zu demselben Ergebnis gekommen. Die von ihnen bei 4 % bleibender Deformation angegebenen Zeiten von 6 min für Polyäther und Silikone und 10 bis 15 min für Polysulfide korrespondieren mehr mit den Meßwerten aus Tabelle 5 als mit den Angaben der Hersteller.

2.3.6 Konsistenz

Der Konsistenztest ist nach dem ISO-Entwurf (19) bei den schnellabbindenden Materialien nicht durchführbar. Die Konsistenzmessung muß so früh wie möglich, also bei 1 min, durchgeführt werden. Dabei ist kein Unterschied zwischen schnell- und langsamabbindenden Abformwerkstoffen gemacht worden, denn klinisch ist die Anfangskonsistenz von Bedeutung.

Eine Zusammenfassung der Materialien in Konsistenzgruppen ist nicht möglich gewesen, da innerhalb eines Jahres die Durchmesser der unter Last gewonnenen Scheiben bei einigen Silikonen auf 55 bis 85 % zurückgegangen sind. Ein Material kann dann, wie es sich am Beispiel von Xantopren blau und Lastic ultrafeinst zeigt, im Laufe eines Jahres alle drei Konsistenzbereiche durchlaufen.

Es sind nur Scheiben berücksichtigt worden, deren Volumen nach dem Versuch 0,5 ml oder bis 2 1/2 % weniger betragen hat. Eine Abweichung bis 2 1/2 % kann toleriert werden. Statistisch hat sich gezeigt, daß die Konsistenz durch Faktoren, wie Anmischen des Materials, seiner Fließfähigkeit und das Stadium des Abbindeprozesses wesentlich stärker beeinflußt werden als durch geringe Volumenabweichungen.

Die bei der abgeänderten Versuchsdurchführung zur Auswertung gelangten Materialproben unterliegen dabei kleineren Volumenschwankungen, als wenn nach dem ISO-Entwurf verfahren wird. Die Materialmengen die nach dem Entwurf aus einem Glasrohr ausgepreßt werden sollen, können im ungünstigsten Fall bei sehr klebrigen Materialien Abweichungen bis zu 10 % aufweisen.

2.3.7 andere Prüfmethoden

Das zu einfache Prüfverfahren des Australischen Standard ist, wie aus Versuchen von CHONG und DOCKING (7) ersicht-

lich, nicht brauchbar. Es lassen sich mit ihm keine echten Abbindezeiten bestimmen.

Das Verfahren in der ADA Spezifikation Nr. 19 und die Penetrometermethode werden von DOUGHERTY (11), REHBERG und SCHWICKERATH (28), HEDEGARD und WEIERUD (16) und WILSON (43) nur ablehnend beurteilt. Für beide Methoden gilt, daß bei den ersten Messungen, wenn die Abformmasse noch sehr plastisch ist, Material an dem Stab bzw. der Nadel haften bleibt. Diese Verfahren bringen keine Werte, die Beziehungen zur klinischen Anwendung aufweisen.

Zu den Prüfmethoden von SCHWICKERATH (28,32,33,34) und FRANZ (15) liegen leider erst wenige Ergebnisse vor. SCHWICKERATH (34) selbst beurteilt sein Verfahren zum Fließverhalten elastomerer Abformmaterialien wegen des schlecht zu bestimmenden Endpunktes für die Abformzeit nicht gut. Zur Festlegung der Abbindezeit habe bei den elastomeren Massen das plasto-elastische Verfahren die größere Aussagekraft. Bei dessen Bestimmung ist aber zu berücksichtigen, daß es, um eine glatte Materialoberfläche zu erreichen, schwieriger sein wird, überschüssiges Material aus vielen einzelnen Kästchen als aus einem Gefäß abzapressen.

SCHWICKERATH (34) schlägt vor, alle 30 sec Messungen vorzunehmen. Das kann für schnellabbindende Silikone nützlich sein, für die Polysulfide sind diese Intervalle zu klein. Dabei gilt wieder, daß für zu häufige Messungen mehr Abformmaterial benötigt wird, als klinisch für einen Abdruck erforderlich ist.

FRANZ (15) bestimmt die Verarbeitungs- und Abbindezeit über das elastische Verhalten des Materials. Die mit dem Rückprall-Elastizitätsprüfer gewonnenen Zeiten sind kürzer als die mit dem Rheometer und dem SCHOENMAKERS-Verfahren gemessenen. Die Werte scheinen deshalb kleiner zu sein, weil die Kraft, die zur Wirkung kommt, nur dem

Eigengewicht des Pendels entsprechend, zu gering ist. Da beim Abdrucknehmen vom Zahnarzt größere Kräfte aufgewendet werden müssen, ist die Methode nicht praxisnah. Eine Bestimmung der Verarbeitungszeit dürfte problematisch sein, denn bei den ersten Messungen wird Material an der Kugel hängen bleiben. Eine eindeutige Temperaturangabe für die Messungen zur Verarbeitungszeit liegt nicht vor. Die Höhe der Aluminiumrinne mit 12,5 mm ist gemessen an der klinischen Abdruckstärke zu groß.

2.3.8 Lagerfähigkeit der Materialien

Bei der wiederholten Bestimmung der Konsistenz von fünf Silikonem sind auffällige Diskrepanzen aufgetreten. Die kleineren Scheibendurchmesser, die 11 Monate später gemessen worden sind, müssen auf eine Alterung des Materials zurückgeführt werden. Da nur Härterflüssigkeit verwandt worden ist, bei der eine Auskristallisierung, wie sie REHBERG (30) beschreibt, nicht vorgelegen hat, kann die Abnahme des Durchmessers nicht oder zumindest nicht allein durch den Härter verursacht sein. Vielmehr kommt es zu einer Versteifung des Basismaterials. Es ist zu vermuten, daß dies für alle Silikone zutrifft; wie weit sie sich in diesem Punkte unterscheiden, kann nicht gesagt werden. McLEAN (21) schreibt, daß Lagerzeiten von mehr als 3 Monaten bei den Silikonem eine Zunahme der Konsistenz bewirken. SKINNER (36) nennt eine Haltbarkeit von 8 Monaten bei normalen Temperaturverhältnissen.

Die Abdruckmaterialien sind während des ganzen Jahres im Klimaraum ($23 \pm 1^{\circ}\text{C}$ und $50 \pm 3\%$ r.F.) aufbewahrt worden, da die Hersteller keine besonderen Angaben zur Lagerung machen. McLEAN (21) und SKINNER (36) empfehlen die Silikone kühl zu lagern. Eine Versteifung der Silikonabformmassen soll nach McLEAN (21) durch Luftzutritt beschleunigt werden. Sie ist aber auch bei frisch geöffneten Packungen nachweisbar.

Wie weit die Polysulfide oder der Polyäther lagerfähig sind, ist nicht festgestellt worden, da bei ihnen keine Vergleichsmessungen durchgeführt worden sind. In einer Tube mit Polysulfid-Grundsubstanz ist jedoch eine Verfestigung des Materials bereits deutlich erkennbar gewesen. SKINNER (36) und DREYER-JØRGENSEN (19) berichten, daß sich die Akzeleratorpaste bei den Polysulfiden zersetzen könne, doch werde ein Fabrikationsfehler als Ursache vermutet. Bei sorgfältiger Herstellung und unter normalen Lagerbedingungen seien die Polysulfide gut haltbar.

2.4 Klinische Hinweise

Bei der Durchführung der Versuche hat sich ergeben, daß die Dosierungen wie sie der Hersteller angibt, wie etwa gleiche Stranglängen der Grundsubstanz und des Akzele-rators bzw. Teile der Grundsubstanz zu Tropfenzahl des Härters ausreichend genau für den klinischen Gebrauch sind. Beim Auspressen des Materials aus den Tuben muß darauf geachtet werden, daß die Strangdicke dem Durch-messer der Öffnung entspricht.

Schwierigkeiten ergeben sich bei der Bestimmung, wann der Mischvorgang beendet sein soll. Grundsubstanz und Härter sollten verschiedenfarbig sein, so daß das Mischen visuell kontrollierbar ist. Als Mischzeit von verschiedenfarbigen Stoffen wird sinnvoll ein Zeitraum (z.B. 30 bis 45 sec) angegeben. Zeigt die angemischte Masse keine Schlieren mehr, sie weist also eine homogene Farbe auf, kann der Mischvorgang als beendet gelten.

In den Gebrauchsanweisungen der Materialien sind oftmals keine oder unzureichende Verarbeitungszeiten angegeben. Sie sind jedoch für den Zahnarzt von Bedeu-tung, denn nimmt er eine Abformung vor, wenn der Abbinde-prozeß schon zu weit fortgeschritten ist, führen ungenü-gendes Fließvermögen und elastische Rückstellungen zu einer Verfälschung im Abdruck. Daraus ergibt sich die Forderung an den Hersteller, einen Verarbeitungszeit-punkt anzugeben, zu dem die Abformmasse spätestens in den Mund eingesetzt sein muß.

Entsprechend verhält es sich mit der Abbindezeit. In den Gebrauchsanweisungen sind die Abbindezeiten in der Regel zu kurz angegeben. Ein Abbindezeitpunkt muß aber eindeutig genannt werden, damit beim Herausnehmen des Ab-drucks keine bleibenden Deformierungen mehr auftreten.

Bei den Versuchen zur Konsistenz ist bei den Sili-konen deutlich geworden, daß sie nicht über mehrere Monate

gleichbleibend lagerfähig sind. Der Hersteller sollte unbedingt Angaben über die Lagerfähigkeit seiner Materialien machen. Dazu gehören Hinweise auf die Lagerbedingungen und die Lagerzeit. Die Zeit ist dabei als Herstellungsdatum oder besser als Verfallsdatum anzugeben.

3 Zusammenfassung

Von 19 elastomeren Abformwerkstoffen (6 Polysulfide, 18 Silikone und 1 Polyäther) sind die Verarbeitungs- und Abbindezeiten nach zwei unterschiedlichen Meßverfahren, wie sie im Doc. 87 des ISO-Entwurfes vorgeschlagen sind, in 760 Versuchen bestimmt worden. Der ISO-Entwurf berücksichtigt nur die langsamabbindenden Materialien. Um die schnellabbindenden Abformmassen miteinzubeziehen, ist der Meßbeginn vorverlegt worden.

Die Methode SCHOENMAKERS erweist sich als klinisch aussagekräftiger. Sie ist zu bevorzugen. Die Rheometermethode ist nicht für alle Konsistenzen anwendbar und mißt nicht die relevanten Eigenschaften.

Die Ergebnisse beider Methoden in Beziehung zur Konsistenz zeigen, daß die mit dem Rheometer gemessenen Zeiten bei dünnfließenden Materialien zu lang, bei Knetmassen hingegen zu kurz sind. Das Rheometer ist wegen der Abhängigkeit von der Konsistenz als Prüfgerät abzulehnen.

Ein Konsistenztest nach dem ISO-Entwurf ist wiederum nicht mit schnellabbindenden Abformwerkstoffen durchführbar. Er ist so abgeändert worden, daß alle 19 Materialien eingeordnet werden können.

Bei der Bestimmung der Konsistenz ist eine begrenzte Lagerfähigkeit der Silikone festgestellt worden.

4 Schrifttum

1. American Dental Association:
Guide to Dental Materials and Devices
5. Edition, Amer. Dent. Ass., Chicago
1970/71
2. Australian Standard:
Draft T27 for Elastomeric Impression
Materials, Standard Association of
Australia, Doc. 703, August 1962
3. Braden, M. and Elliott, J.C.:
Characterization of the setting process
of silicone dental rubbers
J. dent. Res. 45, 1016 - 1023 (1966)
4. derselbe:
Characterization of the setting process
in dental polysulfide rubbers
J. dent. Res. 45, 1065 - 1071 (1966)
5. British Standard 4269,
Dental elastic Impression materials.
Part 1. Elastomeric Impression materials
Brit. Stand. Inst. London 1968
6. Butz, R.:
Prüfung der Druckelastizität elastomerer
Abformmassen in der Zahnheilkunde
Med. Diss., Bonn 1970
7. Chong, M.P. and Docking, A.R.:
Some setting characteristics of elasto-
meric Impression materials
Austr. Dent. J. 14, 295 - 301 (1969)
8. dieselben:
Elastomeric dental impression materials.
Report from the International exchange
testing programme on working time and
setting time
ISO/TC 106/WG 2 Doc. 60 Stockholm 1970
9. Docking, A.R.:
Elastomeric dental impression materials.
Report from the International exchange
testing programme
ISO/TC 106/WG 2 Doc. 96 Stockholm 1971

10. Dougherty, E.W.: The relationship between "total working time" as determined by ADA Specification 19 and Draft ISO Specification
ISO/TC 106/WG 2 Doc. 35 Stockholm 1969
11. derselbe: Report from the U.S. subcommittee on elastomeric dental impression materials on the international exchange testing programme
ISO/TC 106/WG 2 Doc. 47 Stockholm 1970
12. derselbe: Elastomeric dental impression materials. Suggested revision of test method for setting time
(Doc. 2 N 52 clause 6.4. method B)
ISO/TC 106/WG 2 Doc. 75 Stockholm 1971
13. Dreyer-Jørgensen, K.D.: Thiokol as a dental impression material
Acta. Odont. Scandinavica 14, 313 (1956)
14. Elborn, A. and Wilson, H.J.: Temperatures attained by impression materials in the mouth
Brit. dent. J. 118, 80 - 82 (1965)
15. Franz, G. und Ritze, H.: Prüfung der Verarbeitungs- und Abbindezeit bei elastischen Abformmassen
Dtsch. zahnärztl. Z. 27, 189 - 196 (1972)
16. Hedegard, E. and Weierud, J.: Elastomeric dental impression materials. Report from the international exchange testing programme on working time and setting time
ISO/TC 106/WG 2 Doc. 57 Stockholm 1970
17. Huppmann, K.P.: Untersuchungen zum Dimensionsverhalten elastischer Abdruckmaterialien
Med. Diss., Hamburg 1969
18. ISO/TC 106/WG 2 Doc. 52
Elastomeric Dental Impression Materials
Draft Specification ISO/TC 106/WG 2
Stockholm 1970

19. ISO/TC 106/WG 2 Doc. 87
Elastomeric Dental Impression Materials
Draft Specification ISO/TC 106/WG 2
Stockholm 1971
20. Mansfield, M.A.: Elastomeric dental impression materials.
Working and setting times, report from
the international exchange testing
programme
ISO/TC 106/WG 2 Doc. 95 Stockholm
1971
21. McLean, J.W. : Silicon impression materials
Brit. Dent. J. 104, 441 - 451 (1958)
22. Miller, W.A.C., Hansen, W.C., Dickson, G. and Sweeny, W.J.:
Physical properties of synthetic-rubber-
base dental impression materials
J. Amer. Dent. Ass. 60, 211 - 223 (1960)
23. Pearson, S.L. : A new elastic impression material
Brit. Dent. J. 99, 72 - 76 (1955)
24. Peyton, F.A. : Restorative dental materials
Third Edition
The C.V. Mosby Company, St. Louis/USA
1968
25. Rehberg, H.J. : Bewährte Abformmittel
Dtsch. Zahnärztebl. 21, 58 - 62 (1967)
26. derselbe : Zusammenhänge zwischen Eigenschaften und
klinischer Anwendung elastomerer Ab-
formmassen
Dtsch. Zahnärztebl. 23, 61 - 67 (1969)
27. derselbe : Elastomere Abformmassen
Schweizer Monatsschrift 80, 1007 - 1021
(1970)
28. derselbe und Schwickerath, H.:
Elastomeric Impression materials comments
ISO/TC 106/WG 2 Doc. 59 g Stockholm
1970

29. derselbe : Elastomeric dental Impression materials
International testing programme
ISO/TC 106/WG 2 Doc. 89 Stockholm 1971
30. derselbe : Die Quintessenz der zahnärztlichen
Abformhilfsmittel
Quintessenz, Berlin 1971
31. Schoenmakers, H.P.L.:
Description of methods to determine the
viscosity, the total working time and
the total setting time of elastomeric
dental Impression materials
ISO/TC 106/WG 2 Doc. 27 Stockholm 1969
32. Schwickerath, H.:
Das Fließverhalten von Alginat-Abform-
materialien
Dtsch. zahnärztl. Z. 25, 553 - 557 (1970)
33. derselbe : Elastomeric dental impression materials
Proposed test methods for working- and
setting time, detail reproduction and
dimensional stability
ISO/TC 106/WG 2 Doc. 82 Stockholm 1971
34. derselbe : Zur Definition der Begriffe Verarbeitungs-
zeit und Abbindezeit
Zahnärztl. Welt 81, 105 - 109 (1972)
35. Schwindling, R.:
Abformwerkstoffe
In EICHNER, K.
Leitfaden zahnärztl. Werkstoffe und ihrer
Verarbeitung S. 50 - 57
Berlinische Verlagsanstalt, Berlin 1967
36. Skinner, E.W. and Phillips, R.W.:
Rubber impression materials
aus The Science of Dental Materials
S. 113 - 133
W.B. Saunders, Philadelphia and London
1967

37. Tomlin, H.R. and Osborne, J.:
Some observations on silicon impression materials
Brit. dent. J. 105, 407 - 412 (1958)
38. Viohl, J. : Die Bedeutung der FDI-Spezifikation für den Zahnarzt
Dtsch. Zahnärztekalendar, 135 - 140, 1969
39. derselbe : Welche nationalen und internationalen Gremien befassen sich mit zahnärztlichen Normen?
Dtsch. zahnärztl. Z. 25, 854 - 858 (1970)
40. Wilson, A.D. and Batchelor, R.F.:
The consistency of dental cement
Brit. dent. J. 130, 437 - 441 (1971)
41. Wilson, H.J.: A method of assessing the setting characteristics of impression materials
Brit. dent. J. 117, 536 - 540 (1964)
42. derselbe und Tomlin, H.R. and Osborne, J.:
Tissue conditioners and functional impression materials
Brit. dent. J. 121, 9 - 16 (1966)
43. derselbe : Elastomeric Impression materials
Brit. dent. J. 121, Part.1: S. 277 - 283
und Part 2: S. 322 - 328 (1966)
44. derselbe : Elastomeric dental Impression materials
Report from the International exchange testing programme on working time, setting time and compression set
ISO/TC 106/WG 2 Doc. 56 Stockholm 1970

5. Tabellenanhang

Nr.	Material	gemischte Materialmengen in g			
		Rheometer	Schoen- makers Verarbei- tungszeit	Schoen- makers Abbinde- zeit	Konsistenz- test
1	Rubberjel light b.	3,50+3,50	8,50+8,50	8,00+8,00	0,45+0,45
2	" regular	6,60+1,20	16,50+3,00	13,20+2,40	0,825+0,150
3	" heavy b.	6,60+1,20	16,50+3,00	15,40+2,80	0,863+0,157
4	Permlastic light b.	3,60+3,20	8,10+7,20	7,20+6,40	0,45+0,40
5	" regular	4,00+4,00	14,00+14,00	10,00+10,00	0,43+0,43
6	" heavy b.	5,00+2,75	12,00+6,60	11,00+6,05	0,53+0,29
7	Xantopren blau	3,70+0,12	11,10+0,36	11,10+0,36	0,49+0,016
8	" grün	4,00+0,10	15,00+0,30	13,00+0,26	0,80+0,020
9	" gelb	5,60+0,07	10,00+0,11	15,00+0,16	0,90+0,01
10	Xantopren function	8,40+0,06 +0,07	16,80+0,12 +0,14	16,80+0,12 +0,14	0,97+0,007 +0,008
11	Optosil	10,00+0,10	12,00+0,12	15,00+0,15	0,87+0,01
12	Silasoft	3,85+0,17	11,55+0,51	11,00+0,48	0,51+0,022
13	Silaplast	6,84+0,24	10,00+0,35	13,68+0,48	0,68+0,025
14	Lastic ultrafeinst	7,00+0,21	10,00+0,30	15,00+0,45	0,68+0,02
15	Lastic 55	9,60+0,07 +0,06	14,50+0,10 +0,09	19,20+0,14 +0,12	0,82+0,006 +0,005
16	Zafo	10,00+0,08	17,00+0,14	20,00+0,16	1,00+0,008
17	Xirux F	3,60+0,12	9,00+0,30	12,00+0,40	0,58+0,019
18	Xirux	7,00+0,10	15,00+0,21	12,00+0,17	0,84+0,012
19	Impregum	4,70+0,68	10,00+1,45	10,58+1,53	0,478+0,069

Tab. 7 Materialbedarf in g von Grundmasse und Akzelerator pro Versuch

Nr.	Material	gemischte Materialmenge in ml		
		Rheometer	Schoenmakers VAZ	Schoenmakers ABZ
1	Rubberjel light b.	3,89	9,45	8,89
2	" regular	4,00	10,00	8,00
3	" heavy b.	3,84	9,59	8,92
4	Permlastic light b.	4,00	9,00	8,00
5	" regular	4,65	16,28	11,63
6	" heavy b.	4,72	11,34	10,40
7	Xantopren blau	3,77	11,32	11,32
8	" grün	2,50	9,33	8,09
9	" gelb	3,12	5,05	8,33
10	Xantopren function	4,33	8,66	8,66
11	Optosil	5,74	6,89	8,60
12	Silasoft	3,78	11,34	10,79
13	Silaplast	5,02	7,34	10,41
14	Lastic ultrafeinst	5,15	7,36	11,04
15	Lastic 55	5,85	8,84	11,74
16	Zafo	5,00	8,43	10,00
17	Xirux F	3,10	7,77	10,35
18	Xirux	4,16	8,93	7,14
19	Impregum	4,99	10,47	11,07
Insgesamt:		83,50	177,39	183,38
Mittelwert:		4,39	9,34	9,65

Tab. 8 Materialbedarf in ml pro Versuch

Meßwerte

für die Verarbeitungszeit = VZ
 und für die Abbindezeit = AZ
 mit dem Rheometer = Rh
 und nach der Methode SCHOENMAKERS = Sch
 in min (') und sec (")

1 Rubberjel light bodied

	VZ/Rh	VZ/Sch	AZ/Rh	AZ/Sch
1.	2'10"	4'27"	10'00"	9'30"
2.	2'05"	4'12"	10'10"	8'48"
3.	2'10"	4'24"	9'40"	9'30"
4.	2'00"	3'18"	9'50"	9'30"
5.	2'00"	3'15"	10'00"	8'42"
6.	2'00"	3'15"	10'00"	10'12"
7.	2'30"	4'00"	10'00"	10'30"
8.	2'00"	3'24"	9'50"	9'48"
9.	2'00"	3'50"	10'00"	11'10"
10.	1'50"	3'56"	10'00"	9'48"

2 Rubberjel regular

	VZ/Rh	VZ/Sch	AZ/Rh	AZ/Sch
1.	1'40"	5'00"	9'50"	11'12"
2.	1'45"	4'27"	9'50"	11'40"
3.	1'40"	4'24"	9'50"	11'00"
4.	1'40"	4'36"	10'00"	10'48"
5.	1'55"	5'00"	10'00"	10'48"
6.	1'40"	4'36"	10'20"	11'00"
7.	1'35"	4'24"	10'00"	11'25"
8.	1'40"	4'27"	10'10"	11'12"
9.	1'40"	4'06"	9'50"	11'30"
10.	1'40"	4'06"	10'00"	10'55"

3 Rubberjel heavy bodied

	VZ/Rh	VZ/Sch	AZ/Rh	AZ/Sch
1.	2'15"	7'15"	10'40"	13'30"
2.	2'15"	7'00"	10'30"	11'48"
3.	1'55"	5'48"	10'20"	12'15"
4.	2'00"	5'24"	10'40"	13'00"
5.	2'10"	5'45"	10'40"	13'00"
6.	1'50"	5'48"	10'30"	13'36"
7.	1'35"	5'50"	10'10"	11'48"
8.	1'45"	5'42"	10'40"	11'24"
9.	1'45"	5'30"	10'20"	12'00"
10.	2'00"	6'06"	10'40"	11'50"

4 Permlastic light bodied

	VZ/Rh	VZ/Sch	AZ/Rh	AZ/Sch
1.	7'30"	5'36"	11'40"	13'48"
2.	4'10"	6'36"	11'40"	14'00"
3.	4'50"	6'18"	11'50"	14'00"
4.	5'10"	5'30"	11'50"	12'45"
5.	5'30"	6'09"	11'40"	14'00"
6.	5'10"	7'00"	11'50"	12'15"
7.	5'10"	6'00"	12'10"	14'00"
8.	5'30"	6'36"	11'50"	12'48"
9.	5'10"	7'09"	12'00"	12'48"
10.	5'40"	6'50"	11'40"	13'00"

5 Permlastic regular

	VZ/Rh	VZ/Sch	AZ/Rh	AZ/Sch
1.	4'35"	3'36"	8'40"	8'42"
2.	3'55"	4'06"	8'50"	9'36"
3.	3'25"	4'00"	8'40"	9'36"
4.	3'20"	3'42"	8'45"	9'48"
5.	3'25"	4'00"	8'50"	9'18"
6.	3'30"	3'45"	8'40"	9'24"
7.	3'25"	3'30"	8'50"	9'24"
8.	3'10"	3'30"	8'35"	8'36"
9.	3'00"	3'36"	8'50"	9'30"
10.	3'25"	3'15"	8'40"	9'42"

6 Permlastic heavy bodied

	VZ/Rh	VZ/Sch	AZ/Rh	AZ/Sch
1.	3'00"	5'54"	8'10"	18'00"
2.	2'20"	6'20"	8'30"	18'00"
3.	2'20"	6'00"	8'20"	16'00"
4.	2'20"	5'50"	8'20"	18'00"
5.	2'10"	5'10"	8'20"	18'00"
6.	2'40"	5'27"	8'20"	20'00"
7.	2'15"	5'24"	8'10"	19'00"
8.	2'15"	5'30"	8'30"	18'00"
9.	2'20"	5'33"	8'20"	18'30"
10.	2'30"	5'33"	8'30"	20'00"

7 Xantopren blau

	VZ/Rh	VZ/Sch	AZ/Rh	AZ/Sch
1.	2'50"	2'40"	7'40"	6'00"
2.	2'45"	2'36"	7'30"	6'00"
3.	3'00"	2'36"	7'40"	6'50"
4.	2'30"	2'36"	7'50"	6'00"
5.	2'50"	2'30"	7'30"	6'00"
6.	2'10"	2'20"	7'40"	6'00"
7.	1'45"	2'30"	8'05"	6'00"
8.	1'50"	2'12"	7'25"	5'48"
9.	2'15"	2'20"	7'50"	6'00"
10.	2'10"	2'12"	7'30"	6'00"

8 Xantopren grün

	VZ/Rh	VZ/Sch	AZ/Rh	AZ/Sch
1.	1'40"	2'00"	4'10"	7'36"
2.	1'35"	2'09"	5'10"	7'30"
3.	1'40"	2'28"	4'50"	8'24"
4.	1'40"	1'57"	4'40"	10'00"
5.	1'40"	2'12"	4'50"	7'24"
6.	1'50"	2'05"	> 2 min	8'00"
7.	1'40"	2'00"	4'30"	6'48"
8.	1'35"	2'06"	4'40"	7'24"
9.	1'40"	2'06"	4'05"	7'00"
10.	1'35"	2'06"	4'40"	7'00"

9 Xantopren gelb

	VZ/Rh	VZ/Sch	AZ/Rh	AZ/Sch
1.	1'35"	1'30"	3'10"	7'36"
2.	1'30"	1'42"	3'50"	7'00"
3.	1'35"	1'42"	3'25"	8'00"
4.	1'15"	1'30"	3'20"	10'00"
5.	1'45"	1'54"	8'40"	18'00"
6.	1'45"	1'35"	3'25"	12'00"
7.	1'25"	2'00"	5'50"	11'00"
8.	1'40"	1'48"	3'10"	12'00"
9.	1'15"	1'50"	4'40"	12'00"
10.	1'35"	1'36"	8'40"	16'00"

10 Xantopren function

	VZ/Rh	VZ/Sch	AZ/Rh	AZ/Sch
1.	4'35"	6'09"	13'30"	27'30"
2.	4'45"	4'30"	15'30"	>34 min
3.	3'05"	6'12"	18'10"	>30 min
4.	4'40"	4'45"	17'00"	15'36"
5.	3'25"	6'30"	17'10"	26'00"
6.	5'05"	5'24"	12'40"	20'00"
7.	3'20"	7'00"	15'50"	26'00"
8.	4'05"	6'12"	16'30"	23'10"
9.	3'00"	6'00"	16'10"	28'00"
10.	4'30"	5'54"	16'00"	20'00"

11 Optosil

	VZ/Rh	VZ/Sch	AZ/Rh	AZ/Sch
1.	1'40"	2'12"	5'55"	9'48"
2.	1'55"	2'12"	5'25"	6'36"
3.	1'55"	2'18"	4'30"	7'12"
4.	1'40"	2'18"	5'55"	12'18"
5.	2'00"	2'15"	6'40"	10'42"
6.	2'25"	2'09"	7'10"	7'30"
7.	1'55"	2'24"	6'25"	14'00"
8.	2'10"	2'09"	6'35"	10'12"
9.	1'45"	2'22"	9'00"	16'00"
10.	1'55"	2'20"	6'10"	19'48"

12 Silasoft

	VZ/Rh	VZ/Sch	AZ/Rh	AZ/Sch
1.	3'15"	3'00"	11'00"	7'36"
2.	3'10"	2'45"	11'00"	7'36"
3.	3'10"	3'00"	11'20"	6'00"
4.	3'10"	3'00"	10'50"	7'45"
5.	3'10"	2'50"	11'00"	8'55"
6.	3'05"	2'50"	11'40"	8'00"
7.	3'25"	2'40"	11'20"	8'00"
8.	3'35"	3'10"	11'10"	7'20"
9.	3'00"	2'50"	11'20"	8'00"
10.	2'55"	2'45"	11'30"	7'24"

13 Silaplast

	VZ/Rh	VZ/Sch	AZ/Rh	AZ/Sch
1.	2'15"	2'03"	4'10"	5'30"
2.	2'05	2'00"	4'30"	5'00"
3.	1'55"	2'09"	4'20"	5'00"
4.	1'55"	2'03"	4'10"	5'00"
5.	2'20"	2'03"	4'50"	5'30"
6.	2'25"	2'09"	4'20"	5'00"
7.	2'20"	2'03"	5'00"	5'00"
8.	2'05"	2'03"	4'30"	5'20"
9.	1'45"	1'50"	4'40"	6'48"
10.	2'00"	2'15"	4'30"	5'12"

14 Lastic ultrafeinst

	VZ/Rh	VZ/Sch	AZ/Rh	AZ/Sch
1.	1'45"	1'12"	4'40"	4'24"
2.	1'35"	1'13"	4'10"	3'54"
3.	1'45"	1'12"	4'50"	4'06"
4.	1'35"	1'21"	4'50"	3'48"
5.	1'40"	1'24"	4'30"	4'12"
6.	1'45"	1'13"	4'40"	5'00"
7.	1'45"	1'16"	4'50"	3'48"
8.	1'45"	1'15"	4'20"	4'36"
9.	1'40"	1'16"	4'20"	4'18"
10.	1'50"	1'35"	4'20"	5'00"

15

Lastic 55

	VZ/Rh	VZ/Sch	AZ/Rh	AZ/Sch
1.	1'45"	1'56"	4'30"	3'55"
2.	1'40"	1'57"	4'40"	4'00"
3.	1'35"	1'27"	4'50"	3'48"
4.	1'35"	1'45"	4'40"	4'05"
5.	1'30"	1'15"	2'00"	3'48"
6.	1'35"	1'30"	4'50"	4'00"
7.	1'30"	1'33"	4'50"	3'30"
8.	1'30"	1'24"	4'30"	3'48"
9.	1'30"	1'57"	4'40"	3'40"
10.	1'30"	1'33"	4'40"	4'05"

16

Zafo

	VZ/Rh	VZ/Sch	AZ/Rh	AZ/Sch
1.	2'15"	1'24"	3'40"	5'12"
2.	1'20"	1'24"	3'50"	7'00"
3.	2'00"	1'36"	3'50"	7'06"
4.	1'35"	1'33"	3'50"	6'30"
5.	1'50"	1'24"	4'30"	7'00"
6.	1'55"	1'20"	3'50"	6'24"
7.	1'40"	1'27"	3'50"	12'00"
8.	1'35"	1'06"	5'00"	10'36"
9.	1'40"	1'33"	3'50"	5'30"
10.	1'50"	1'24"	3'50"	8'00"

17 Xirux F

	VZ/Rh	VZ/Sch Belastung 500 g	AZ/Rh	AZ/Sch
1.	4'20"	2'45"	8'10"	6'40"
2.	2'30"	2'42"	7'50"	6'00"
3.	2'35"	2'45"	7'40"	6'48"
4.	2'45"	2'36"	7'50"	6'00"
5.	2'45"	2'36"	7'50"	6'36"
6.	2'20"	2'36"	7'50"	6'24"
7.	2'45"	2'40"	7'50"	6'00"
8.	2'15"	2'45"	7'50"	6'00"
9.	2'15"	2'36"	7'50"	6'00"
10.	2'10"	2'24"	7'40"	5'48"

VZ/Sch
Belastung
125 g

1.	2'45"
2.	2'30"
3.	2'40"
4.	2'30"
5.	2'45"

18 Xirux

	VZ/Rh	VZ/Sch	AZ/Rh	AZ/Sch
1.	1'55"	2'03"	(2'50")	8'00"
2.	1'15"	1'45"	(2'50")	6'50"
3.	1'50"	1'33"	(1'30")	6'00"
4.	1'20"	1'50"	(2'50")	13'00"
5.	1'40"	1'57"	(3'10")	7'06"
6.	2'00"	1'54"	Die Ab-	8'00"
7.	2'00"	1'42"	blinde-	8'12"
8.	1'55"	1'45"	zeit von	6'42"
9.	2'25"	1'48"	Xirux	6'24"
10.	2'15"	1'36"	Ist im	5'54"
			Rheometer	
			nicht	
			meßbar.	

19		Impregum		
	VZ/Rh	VZ/Sch	AZ/Rh	AZ/Sch
				Zuordnung zu Typ I = 0,25 mm bleibende Verformung
1.	1'45"	2'02"	5'20"	8'00"
2.	1'45"	1'58"	6'10"	6'48"
3.	1'20"	2'00"	5'50"	7'24"
4.	2'00"	1'50"	5'50"	6'35"
5.	1'50"	2'06"	6'00"	7'00"
6.	1'50"	2'00"	6'00"	6'55"
7.	1'45"	1'45"	5'50"	6'48"
8.	1'50"	1'42"	5'50"	5'05"
9.	1'50"	1'42"	5'00"	7'05"
10.	1'45"	1'45"	5'00"	7'05"

6 Lebenslauf

Am 9. Okt. 1944 wurde ich als Tochter des Oberstudienrates Dr. Reinhold Viohl und seiner Ehefrau Gertrud geb. Lork in Königs Wusterhausen geboren. Infolge des Krieges wuchs ich in Hameln auf. Hier wurde ich im April 1951 eingeschult. Das Abitur legte ich im Feb. 1964 auf dem Mathematisch-Naturwissenschaftlichen Zweig ab.

Mein Vater starb im Mai 1963. Meine Mutter ermöglichte mir das Studium der Zahnheilkunde.

Die zahnärztliche Vorprüfung bestand ich im April 1967, die zahnärztliche Prüfung im Juli 1970.

Im August 1970 heiratete ich den Studienassessor Roderich Wais.

Seit Sept. 1970 arbeite ich als wiss. Assistentin in der Chirurgischen Abteilung der Poliklinik und Klinik für Zahn-, Mund- und Kieferkrankheiten der Freien Universität Berlin. Gleichzeitig begann ich mit meiner Dissertation.

Druck:

Der Präsident der Freien Universität Berlin
- Universitätsdruckerei -

1 Berlin 41, Kelchstraße 31

